

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

VÝVOJ METODIKY NANO OBRÁBĚNÍ PŘI STUDIU MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ TENKÝCH VRSTEV POMOCÍ FOKUSOVANÝCH IONTOVÝCH SVAZKŮ

DEVELOPMENT OF NANOFABRICATION METHODOLOGY FOR STUDY OF MECHANICAL
PROPERTIES OF THIN FILMS USING FOCUSED ION BEAM

DIPLOMOVÁ PRÁCE

DIPLOMA THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

IVO KUBĚNA

VEDOUcí PRÁCE

SUPERVISOR

PROF. MGR. TOMÁŠ KRUML, CSC.

BRNO 2008

Abstrakt

Hlavním obsahem této diplomové práce je vytvoření metodiky přípravy mikrokompresních vzorků z tenké kovové vrstvy připravené metodou PVD. Testovaný materiál byl připraven firmou ON Semiconductor Rožnov pod Radhoštěm. Studovaná vrstva měla složení Al-1,5 hm% Cu a je používána pro vodivé spoje na integrovaných obvodech. Na křemíkový substrát je nejprve napařena mezivrstva se složením W-10 hm% Ti pro lepší adhezi testované vrstvy. Geometrie vzorku by se měla co nejvíce blížit rotačnímu válci, jehož výška je dána tloušťkou vrstvy a jehož průměr je přibližně 1 μm . Pro přípravu takového mikrokompresního vzorku bylo použito přístroje Quanta 3D FEG Dual BeamTM využívajícího technologii fokusovaného iontového svazku. Experimenty na tomto přístroji byly prováděny na půdě společnosti FEI Company v Brně. Bylo připraveno 39 mikrokompresních vzorků za různých podmínek iontového odprašování. Optimalizací parametrů procesu přípravy bylo dosaženo požadované geometrie, zlepšení rovnoběžnosti stěn a rovnoměrnosti dna v blízkém okolí vzorku a jeho plynulý přechod do základního substrátu. Připravené vzorky jsou vhodné pro mikrokompresní testy, které již byly úspěšně provedeny ve spolupráci s Fyzikálním ústavem AV ČR v Praze.

Klíčová slova:

tenké vrstvy, mechanické vlastnosti, FIB, mikrokomprese, nanoindentace, SEM

Abstract

The main goal of this work is to find a methodology of the fabrication of microcompressive specimens (pillars) from thin metallic film prepared by means of PVD. The studied film was prepared by the ON Semiconductor company, Rožnov pod Radhoštěm. Its chemical composition was Al-1.5 wt.% Cu; such films are used for electric connections on integrated circuits. At first, a thin intermediate layer of W-10 wt.% Ti was deposited on the Si single crystalline substrate with the purpose of improving adhesion properties of the studied film. The geometry of the microcompressive specimen should be as close to the cylindrical shape as possible. The height of the cylinder is given by the film thickness, its diameter is approximately 1 μm . Such specimens were prepared in Quanta 3D FEG Dual BeamTM facility using focused ion beams technology. Experiments were done at FEI Company in Brno. In total, 39 microcompressive specimens were prepared at various ion milling conditions. The required geometry was finally attained by the optimization of processing parameters, in particular the parallelism of lateral faces was improved, the bottom of the removed zone in the vicinity of the pillar was almost flat and the transition pillar – flat bottom was regular. The prepared pillars are suitable for the microcompression tests; the first of them have been already performed within the cooperation with the Institut of Physics, Academy of Sciences of the Czech Republic, Praha.

Key words

thin films, mechanical properties, FIB, microcompression, nanoindentation, SEM

Bibliografická citace práce:

KUBĚNA, I. *Vývoj metodiky nanoobrábění při studiu mechanických vlastností tenkých vrstev pomocí fokusovaných iontových svazků*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2008. 54 s. Vedoucí diplomové práce prof. Mgr. Tomáš Kruml, CSc.

Prohlášení

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma „*Vývoj metodiky nanoobrábění při studiu mechanických vlastností tenkých vrstev pomocí fokusovaných iontových svazků*“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

V Brně dne 20. 5. 2008

.....
podpis autora

Poděkování

Zvláštní poděkování patří mým rodičům, kteří mě maximálně podporovali po celou dobu mého studia.

Dále chci poděkovat svému vedoucímu práce prof. Mgr. Tomáši Krumlovi, CSc. a Ing. Tomáši Vystavělovi, PhD. za vedení a neocenitelné rady při optimalizování postupu přípravy pilířků a firmě FEI Company v Brně za umožnění přístupu do jejich aplikačních laboratoří.

Obsah:

1. Úvod a cíle práce.....	3
2. Literární rešerše	4
2.1 Mechanické zkoušení tenkých vrstev.....	4
2.1.1 Nanoindentační metody	4
2.1.1.1 Elastické vlastnosti	4
2.1.1.2 Tvrdost.....	5
2.1.1.3 Plastické vlastnosti	7
2.1.1.4. Lomové vlastnosti	7
2.1.2 Jednoosé zkoušení pevnosti v tahu samostatných tenkých vrstev.....	7
2.1.2.1 Příprava vzorků	7
2.1.2.2 Tahová zkušební zařízení	8
2.1.2.3 Výsledky jednoosého tahu.....	8
2.1.2.4 Jednoosý creep.....	9
2.1.2.5 Shrnutí	10
2.1.3 Dvouosé zkoušení samonosných tenkých vrstev	11
2.1.3.1 Experiment	11
2.1.3.2 Výsledky bulge testu	12
2.1.3.3 Analýza dat.....	12
2.1.4 Metody ohýbání paprsku (beam bending).....	13
2.1.4.1 Testování samonosných tenkých vrstev	13
2.1.4.2 Tenká vrstva na substrátu zatížena vnějším mechanickým napětím	15
2.1.4.3 Tenká vrstva na substrátu zatížena tepelným napětím	15
2.2 Mikroskop s iontovým svazkem	16
2.2.1 Iontové zdroje	17
2.2.2 Optická část	17
2.2.3 Pracovní komora.....	18
2.2.4 Vakuový systém a doručování pracovních plynů.....	18
2.2.5 Interakce iontového svazku se vzorkem.....	18
2.2.6 Kolizní kaskáda	19
2.2.7 Zobrazování svazkem iontů.....	20
2.2.8 Iontové odprašování	20
2.2.9 Poškození iontovým svazkem	22
2.2.10 Implantace Ga do vzorku.....	22
2.2.11 Ohřev svazkem iontů.....	23
2.3 Nanokompresní zkoušení objemových materiálů.....	24
2.3.1 Příprava vzorku pomocí FIB	24
2.3.2 Alternativní metody a geometrie vzorku	25
2.3.3 Mechanické zkoušení	26
2.3.4 Výsledky.....	27
3. Experimentální část.....	28
3.1 Přístroj Quanta 3D FEG Dual Beam tm	28
3.2 Zkoumaný materiál.....	29
3.3 Příprava vrstvy pro umístění do Dual-Beamu	29
3.4 Požadovaný tvar mikrokompresního vzorku	29
3.5 Parametry vstupující do odprašování	30
3.6 Způsob vybrání zrna	32

4. Výsledky	34
4.1 Příprava mikrokompresního vzorku	34
4.2 Využití pracovního plynu	37
4.3 Optimalizovaná příprava mikrokompresního vzorku.....	39
4.3.1 První fáze přípravy mikrokompresního vzorku.....	39
4.3.2 Druhá fáze přípravy mikrokompresního vzorku	40
4.3.3 Závěrečný krok přípravy	41
5. Diskuse výsledků.....	43
5.1 Parametry vstupující do přípravy	43
5.2 Srovnání výsledků s Dimidukem a dalšími	44
5.3 Vhodnost připravených pilířků pro zkoušky v mikrokompresi.....	45
5.4 Ukázka použití pilířků	46
6. Závěr.....	47
7. Literatura	48
Seznam zkratk.....	49

1. Úvod a cíle práce

Velký rozvoj používání tenkých vrstev v posledních letech si vyžádal potřebu zjišťovat jejich mechanické vlastnosti. V první části této práce jsou popsány nejrozšířenější metody pro tato měření. Všechny známé metody však mají nějakou více či méně závažnou nevýhodu, která omezuje její použití: obtížná příprava vzorků, obtížně proveditelný experiment či obtížná interpretace naměřených dat.

V posledních letech se staly komerčně dostupné přístroje využívající fokusované svazky iontů (FIB) a přesné nanoindentační přístroje. To nabízí nové možnosti jednak v přípravě definovaných vzorků na mikrometrické úrovni a jednak umožňuje jejich zatěžování s měřením sil na úrovni miliNewtonů a přemístění na úrovni nanometrů.

Tato práce byla soustředěna na přípravu mikrokompresních vzorků pomocí fokusovaných iontových svazků. Byla využita možnost spolupráce se společností FEI Company v Brně, která tyto přístroje vyrábí. Všechny připravené pilířky byly vyrobeny v laboratoři této firmy pod vedením Ing. Tomáše Vystavěla, PhD.

Cíle diplomové práce:

- zvládnutí o obsluhy přístroje „dual-beam“ – kombinace rastrovacího elektronového mikroskopu a fokusovaného iontového svazku
- zvládnutí přípravy mikrokompresních vzorků tenkých kovových vrstev, nalezení kritických fází přípravy, optimalizace postupu přípravy
- pokus o automatizaci celého procesu, který by v ideálním případě měl vést ke stavu, kdy přístroj po zadání požadované geometrie vzorku provede celý postup automaticky v co nejkratším čase

2. Literární rešerše

V této části práce jsou nejdříve stručně popsány dosavadní metody měření mechanických vlastností tenkých vrstev. Následuje popis přístroje pracujícího s iontovým svazkem, stavba přístroje, principy zobrazení iontovým svazkem a iontového odprašování. Ve třetí části tohoto úvodu je shrnutí dosavadních experimentů kombinujících přípravu vzorků iontovým odprašováním a jejich testování nanoindentačním přístrojem.

2.1 Mechanické zkoušení tenkých vrstev

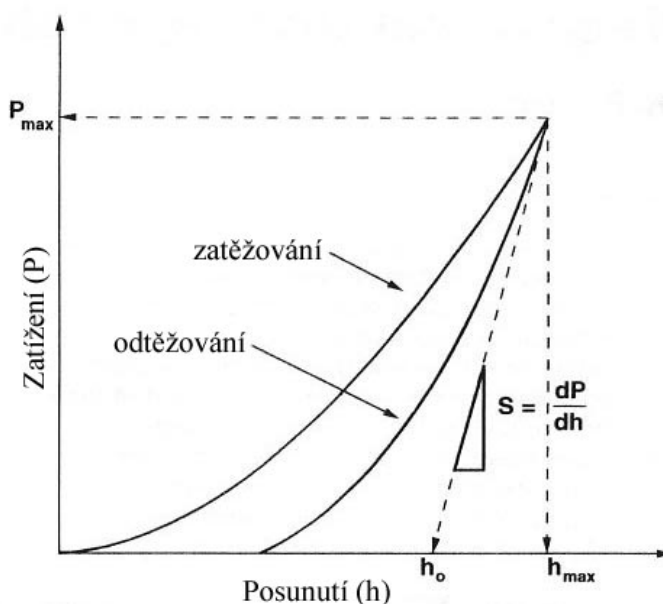
V této kapitole jsou popsány čtyři nejčastěji používané metody měření mechanických vlastností tenkých vrstev: nanoindentace, tahová zkouška, bulge test a metoda ohýbání paprsku.

2.1.1 Nanoindentační metody

Princip metody je obdobný jako u makroskopického zkoušení Vickersovy tvrdosti, kdy je diamantový hrot vtlačován do materiálu. Přístroj ovšem pracuje v režimu podstatně menších sil i přemístění např. hloubky vtisku se mohou pohybovat pouze okolo 50 nm nebo i menší. Druhou podstatnou odlišností nepřetržitý záznam síly a hloubky vpichu. Proto zobrazení a měření plochy vtisku není nutné a díky malým hloubkám vtisku by bylo i velmi obtížné. Oblíbenost této metody spočívá ve vysoké prostorové rozlišitelnosti plochy vtisku (menší než $1\mu\text{m}^2$), ale také v jednoduchosti jejího provedení. Pokud zvyšujeme zatížení na vnikající hrot, je tento hrot tlačěn do vrstvy a ta je deformována nejdříve elasticky a poté plasticky. Jako vtlačovací hrot se nejčastěji používá diamantový hrot Berkovichova typu (trojboký jehlan), méně často hrot Vickersův (pyramida) [1] a [2].

2.1.1.1 Elastické vlastnosti

Tato technika poskytuje jednoduchý prostředek k určení modulu pružnosti zkoušeného filmu. Během průniku indentoru probíhá jak pružná tak plastická deformace zkoušené vrstvy. Při odtěžování se vtisk zmenšuje, protože elastická deformace mizí. Tabor [3] ukázal, že vtisky v kovech způsobené kulovým indentorem si zachovávají svůj kulový tvar, ovšem s menším poloměrem než má indentor. Podobně je to u kuželových hrotů, u nichž se po odlehčení lehce zmenší vrcholový úhel. Příčinou těchto jevů je vymizení pružných deformací. Tabor [3] popsal souvislost mezi tvarem odtěžovací křivky a vlastnostmi



obr. 1 Typická křivka závislosti zatížení na hloubce vtisku [4]

materiálu, jako jsou modul pružnosti E_r a Poissonovo číslo ν . Indentor není dokonale tuhý, proto pro efektivní modul pružnosti platí vztah [4]:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (1)$$

Index i odkazuje na materiál indentoru. Efektivní modul E_r je získán experimentálně ze sklonu S odtěžovací části křivky:

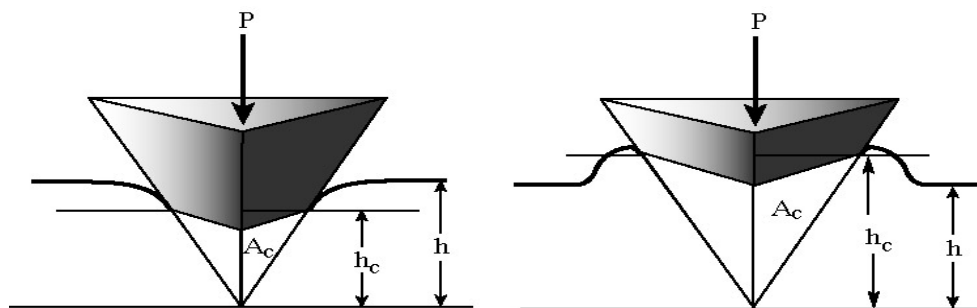
$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta E_r \sqrt{A} \quad (2)$$

kde P je zatížení, h hloubka průniku, A plocha vtisku a β je bezrozměrný parametr, který je závislý na tvaru indentoru. Pro kulový indentor $\beta=1$, pro Berkovichův typ indentoru $\beta=1,034$ a pro Vickersův $\beta=1,012$.

Typický tvar křivky je uveden na obr. 1 a ukazuje zmenšování plochy vtisku při odtížení. Pro výpočet E_r musíme znát sklon křivky, předpokládanou plochu při maximálním zatížení. Plocha je vypočítaná ze známé maximální hloubky vtisku. Například pro ideálně ostrý hrot Berkovichova typu:

$$A(h) = 24.5h^2 \quad (3)$$

ve skutečnosti je však tato funkce daleko složitější, protože nelze dosáhnout ideální ostrosti hrotu. Za předpokladu, že počáteční část odlehčovací křivky je prakticky lineární, lze graficky určit h_0 jako proměnou do funkce pro plochu vtisku. Experimenty i numerické řešení pomocí MKP, že hloubka h_0 přináší lepší odhad plochy než hloubka konečná nebo hloubka při maximálním zatížení [4]. Bohužel u většiny materiálů není ani počátek odlehčení lineární, proto je nutné aplikovat složitější vztahy. Další jev komplikující určení plochy A , je to, že v blízkosti hrotu může dojít k efektům sink-in nebo pile-up obr. 2. Obtíže s určením A jsou jedním z hlavních zdrojů nepřesností v určení elastických konstant pomocí techniky nanoindentace [1].



obr. 2 Vlevo efekt sink-in, vpravo pile-up [1]

Vlastnosti vrstvy jsou dále ovlivněny svojí adhezí k substrátu. Při měření indentační metodou je účinek této adheze zanedbatelný, pokud hloubka vtisku nepřesáhne zhruba 10% tloušťky filmu. Dále plocha vtisku většinou nepřesáhne hranice zrna, toto může mít za následek různé hodnoty na stejné vrstvě v závislosti na orientaci zrna [2].

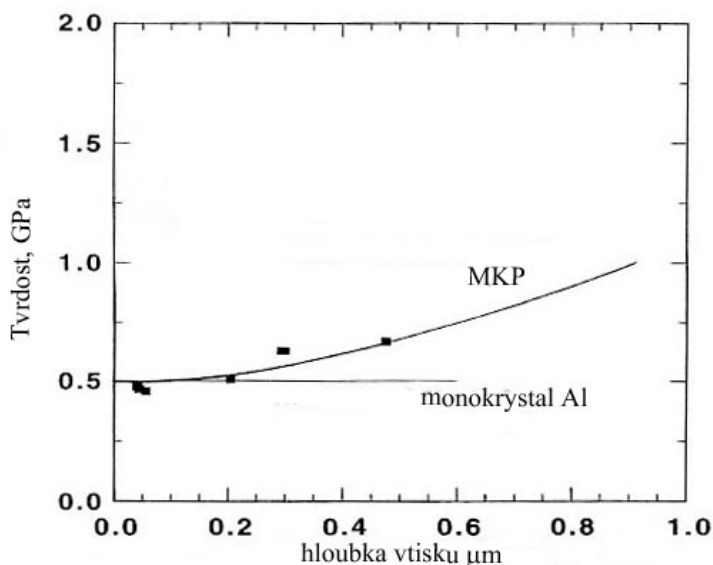
2.1.1.2 Tvrdost

Indentační metoda je obzvláště vhodná pro měření tvrdosti. Jelikož je hloubka vtisku velmi malá, je nemožné pořídit optický obraz pomocí světelné mikroskopie. Většina úvah při určování tvrdosti je totožná jako při určování modulu pružnosti. To platí zejména pro určení vhodné hloubky vtisku a následné určení plochy vtisku. Tvrdost je definována jako:

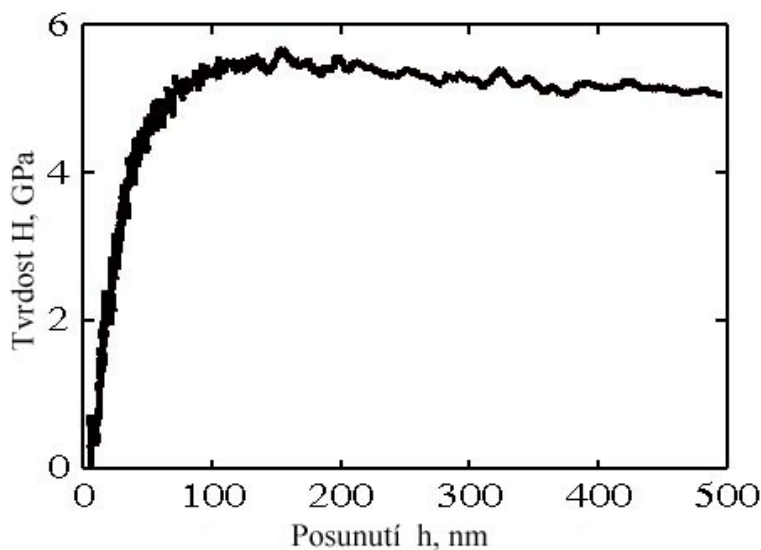
$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad [\text{MPa}] \quad (4)$$

Stanovení plochy vtisku se provádí stejnými postupy uvedenými v kapitole 2.1.1. Byl zkoumán vliv hloubky vtisku na výslednou tvrdost, ukazuje se, že tento vliv může být výrazný. Na rozdíl od zkoušky objemových materiálů, se zkouška na vrstvách liší tím, že uvažujeme jak elastickou, tak plastickou deformaci, zatímco u objemového materiálu pouze plastickou. [2]

Problém může nastat při velké hloubce vtisku, kdy již měřenou tvrdost filmu může ovlivňovat substrát. Jak plastická zóna pod indentorem dosahuje substrátu, měření jsou substrátem stále více ovlivňována a měření tvrdosti se stává funkcí hloubky vtisku. obr. 3 ukazuje závislost tvrdosti na hloubce vtisku u hliníkového filmu. Totéž bylo ověřeno numericky metodou MKP [5]. Naopak při malých hodnotách hloubky vtisku jsou výsledky ovlivňovány drsností vrstvy. Výsledkem může být složitá závislost měřené hodnoty H na h_{\max} obr. 4 [1].



obr. 3 Vliv hloubky vtisku na výslednou tvrdost [5]



obr. 4 Vliv hloubky vtisku na výslednou tvrdost [1]

Křehkými materiály substrátu (křemík, keramika) se mohou šířit trhliny při hlubokých vtiscích a měření je zatíženo další chybou. Dalším zajímavým problémem může být fázová transformace při této zkoušce [2].

2.1.1.3 Plastické vlastnosti

Stanovení plastických vlastností jako je mez kluzu nebo mez pevnosti se provádí podle empirického vztahu který formuloval Tabor [3]

$$\frac{R_m}{H_v} = \frac{1-n}{29} \left(\frac{12.5n}{1-n} \right)^n \quad (5)$$

Tato rovnice se shoduje s experimentálními výsledky [6]. Pro měření plastických vlastností se zpravidla používá kulový indentor a sleduje se závislost zatížení-hloubka vtisku, tato lze převést na relaci napětí-deformace, což v tomto případě není úplně vhodné. Byla prokázána exponenciální závislost napětí na deformaci [3].

2.1.1.4. Lomové vlastnosti

Lomová houževnatost je odpor materiálu proti šíření trhlin. Je charakterizována faktorem intenzity napětí, který je dán

$$K_{cr} = \beta p_{cr} r(c) \quad (6)$$

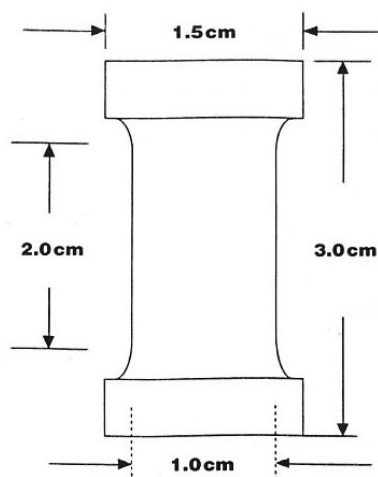
kde β je geometrický faktor a p_{cr} je kritický tlak pro šíření trhliny délky c . Toto měření se provádí u křehkých materiálů, které jsou použitelné ve formě vrstev. U většiny křehkých materiálů jsou při vtisku jasné viditelné trhliny, které začínají ve vtisku. Délka těchto trhlin závisí na lomové houževnatosti.

Počáteční problém této metody byl, že zatížení potřebné pro vytvoření trhliny bylo cca 1000 g a trhlina se rozšířila o 100 μm , obě tyto hodnoty jsou však nepříjemné pro nanoindentační zkoušky. Tento problém byl eliminován, použitím krychlového indentoru. Touto náhradou se prahové zatížení pro vytvoření trhliny snížilo na hodnoty použitelné pro naniondentaci [7].

2.1.2 Jednoosé zkoušení pevnosti v tahu samostatných tenkých vrstev

2.1.2.1 Příprava vzorků

Zatímco je většina filmů vyráběna depozicí na substrát, je také někdy možné vytvořit velmi tenké fólie válcovacími operacemi. Lawley a Schuster [8] dokázali připravit válcováním měděnou fólii o tloušťce 2 μm . Následně pro přípravu tahových vzorků použili fotolitografický proces navržený tak, aby se minimalizovala přítomnost vrubů. V případě filmů deponovaných na substrátech je nezbytné odstranění filmu ze substrátu tak, aby nešlo k poškození filmu. Pro usnadnění tohoto procesu byly používány substráty rozpustné ve vodě, např. NaCl. Dále byly používány organické materiály (kolodium) nebo vhodné polymery. Pro studování vrstev v mikroobvodech je nutné film odstranit z monokrystalu křemíku, oxidu křemíku nebo z nitridu. Křemík je možno odstranit



obr. 5 Typický tvar vzorku pro tahovou zkoušku filmu zbaveného substrátu [2]

proudem fluoru neseného netečným plynem. Křemík přechází do plynného tetrafluoridu a kov je chráněn velmi tenkou vrstvou fluoridu. U hliníku a jeho slitin se však může stát, že při výrobě se do hliníku rozpustí i část křemíku. Křemík následně precipituje na povrch filmu a tyto precipitáty jsou odstraněny stejně jako křemíkový podklad a vznikají póry, které jsou nežádoucí.

Vzorky mají obvykle tvar „psí kost“ jak je vidět na obr. 5. Tento tvar se ukazuje jako nejvhodnější a je získán použitím masky na substrát během depozice vrstvy. Kvůli vysokému poměru povrchu k objemu u tenkých vrstev musí být tyto vrstvy připravovány téměř bez povrchových vad, protože i nejmenší vady vedou k předčasným lomům. Toto je však velmi obtížné a pro řadu tenkých vrstev je nelze proto tuto zkoušku úspěšně provést.

Dalším problémem při přípravě je vnitřní napětí způsobené výrobou. Když film oddělíme od svého substrátu, mohou tato napětí vzorek zdeformovat a vzorek je již prakticky nepoužitelný pro další testování. Pro zmírnění tohoto efektu byla vyvinuta přídavná upínací zařízení, která natahovala film při procesu odstranění substrátu. Navzdory tomuto opatření se někdy nepodaří zabránit vzniku reliéfu [2].

2.1.2.2 Tahová zkušební zařízení

Stroje používané pro jednoosé zkoušení tenkých vrstev jsou založené na deformaci volně stojícího filmu známou silou. Způsob zatížení může být dělen do dvou kategorií:

- a) měkké zatížení – narůst síly je konstantní a je měřeno způsobené prodloužení
- b) tvrdé zatížení – rychlost prodloužení je konstantní a je měřena síla

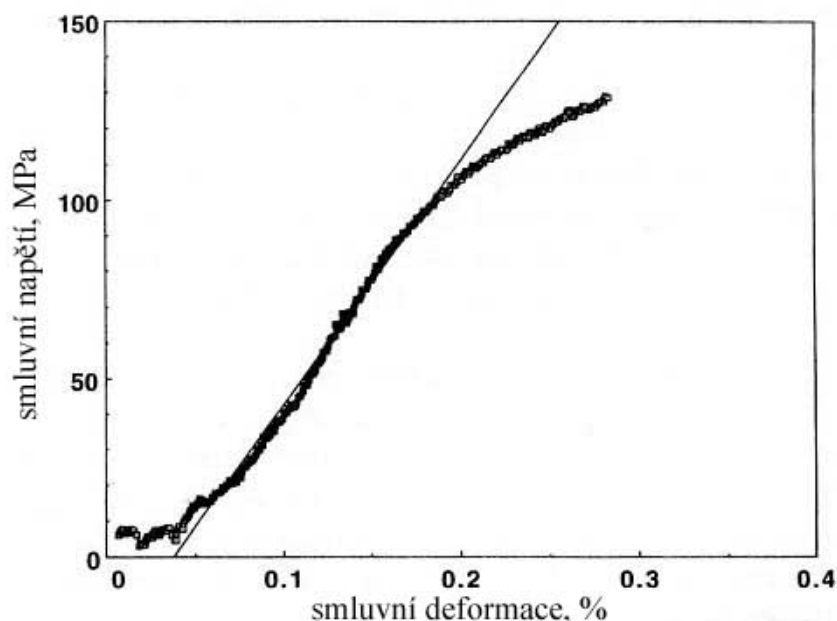
2.1.2.3 Výsledky jednoosého tahu

Příklad tahové křivky plazmaticky deponované vrstvy hliníku, je ukázán na obr. 6. Počáteční nelineární část křivky můžeme ignorovat. Nepřítomnost výrazné meze kluzu je stejné jako u hliníku v podobě objemového materiálu. Dále byly testovány polykrystalické a monokrystalické filmy. Bylo zjištěno, že pro deformaci polykrystalických filmů je třeba vyšší zatížení [2]. Za zmínku stojí, že monokrystalický film zlata o tloušťce menší než 50 nm se deformuje čistě elasticky až do lomu [9].

Byla zjištěna závislost pevnosti filmu a jeho tloušťky. Zkoumané materiály vykazovaly růst pevnosti, když se tloušťka filmu přiblížila k určité hodnotě, např. niklové filmy 0,3 μm, stříbrné filmy 30 μm, měděný film 3,5 μm. U niklových filmů byla dokonce zjištěna závislost podobná Hall-Petchově vztahu

$$\sigma = K + bt^{-0,5} \quad (7)$$

kde K a b jsou materiálové konstanty a t je tloušťka filmu [10]. Dále bylo zjištěno, že vlastnosti filmů závisí i na způsobu jejich výroby. Pružné vlastnosti se blíží k objemovým materiálům, naopak lomové napětí je podstatně vyšší pro film [2].



obr. 6 Křivka napětí-deformace pro hliníku tloušťky 1 μm, určen modul $E = 66,8 \text{ GPa}$ [2]

2.1.2.4 Jednoosý creep

Jednoosé testování v měkkém módu může být upraveno pro creepové testy. První pozorování časově závislé deformace byly provedeny při tahových zkouškách. Rychlost creepu u tenkých vrstev je podstatně vyšší oproti objemovým materiálům. Charakteristické křivky se skládají z primárního (přechodového) a sekundárního (ustáleného) creepu. Křivky jsou v semilogaritmických souřadnicích, tzn. že je vynášeno prodloužení v závislosti na logaritmu času

$\varepsilon = \beta + \alpha \ln t$, kde α a β jsou konstanty závislé pouze na napětí a teplotě.

Creepové zkoušky se často používají pro analýzu plastické deformace ve filmech. Pro velké rychlosti deformace v ustáleném stavu platí rovnice

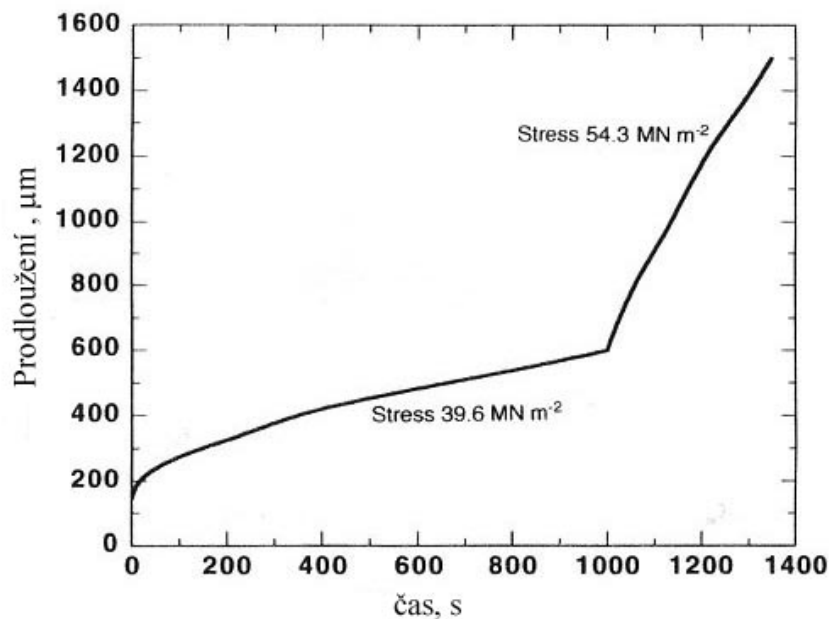
$$\dot{\varepsilon} = B \exp \left[-\frac{(Q_0 - \beta\sigma)}{kT} \right] \quad (8)$$

kde B a β jsou konstanty, Q_0 je aktivační energie pro nulové zatížení, σ je zatížení, k Boltzmanova konstanta a T je absolutní teplota. Parametr β mědi se liší pokud se jedná o elektrolytickou nebo vakuově deponovanou vrstvu. Tento parametr je různý pro každý materiál nebo slitinu a je v relaci s velikostí zrna $\beta \approx d^{0.5}$ [11].

Pokud je aktivační energie Q_0 malá, leží blízko hodnoty pro difuzi vakancí po hranicích zrn a rychlost deformace je nízká, pak platí

$$\dot{\varepsilon} = \frac{ADGb}{kT} \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \quad (9)$$

kde A a n jsou konstanty, D je koeficient difuze, který lze určit rovnicí $D = D_0 \exp(-Q_D/kT)$, G je modul ve smyku, b je meziatomární vzdálenost, D_0 je konstanta a Q_d je aktivační energie pro samodifuzi. Hodnoty n se určují náhlými změnami zatížení během ustáleného creepu (obr. 7). Lze najít analogii s koeficientem deformačního zpevnění. Tento koeficient je silně závislý na velikosti zrna [12].



obr. 7 Creepová křivka vrstvy hliníku tlusté 1 μm získané při teplotě 110°C, napětí bylo po 1000s zvýšeno z 39,6MPa na 54,3MPa [12]

Klasická interpretace primárního creepu byla aplikována na vrstvy ve snaze vysvětlit roli dislokací při deformaci tenkých vrstev. Tato interpretace je založena na rovnici

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \exp \left[- \frac{\left(Q_0 - \bar{\tau} V \right)}{kT} \right] \quad (10)$$

kde ε_0 je materiálová konstanta, Q_0 je aktivační energie pro nulové zatížení, τ je smykové napětí působící na dislokace a V je aktivovaný objem. Zkoumáním hodnot V bylo zjištěno, že hodnoty pro objemový materiál a pro vrstvu jsou řádově stejné [12].

2.1.2.5 Shrnutí

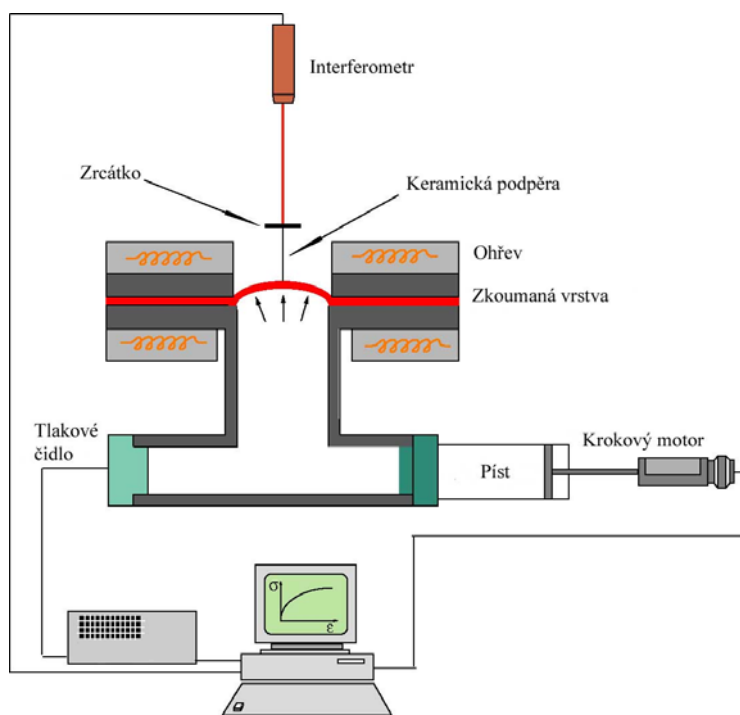
Testování tenkých vrstev metodou jednoosého tahového namáhání poskytuje vynikající prostředek pro získání lehce vyložitelných výsledků v rámci tahového napětí a následné deformace. Výsledky mohou být aplikované na popisy základních mechanismů plastické deformace. Nevýhodou této metody je, že příprava vzorků vyžaduje extrémní úsilí a maximální deformace bývá často také omezena a je proveditelná jen pro úzké spektrum materiálů [2].

2.1.3 Dvouosé zkoušení samonosných tenkých vrstev

Vrstvu zbavenou svého substrátu, která má upevněné okraje, můžeme vidět jako membránu. Když z jedné strany této membrány přivedeme známý hydrostatický tlak, je způsobeno prohnutí vrstvy a získáme v něm dvojosý stav napjatosti. Tato technika eliminuje problémy s defekty na okraji vzorku, ale výklad výsledků je komplikovanější než u jednoosých zkoušek [2].

2.1.3.1 Experiment

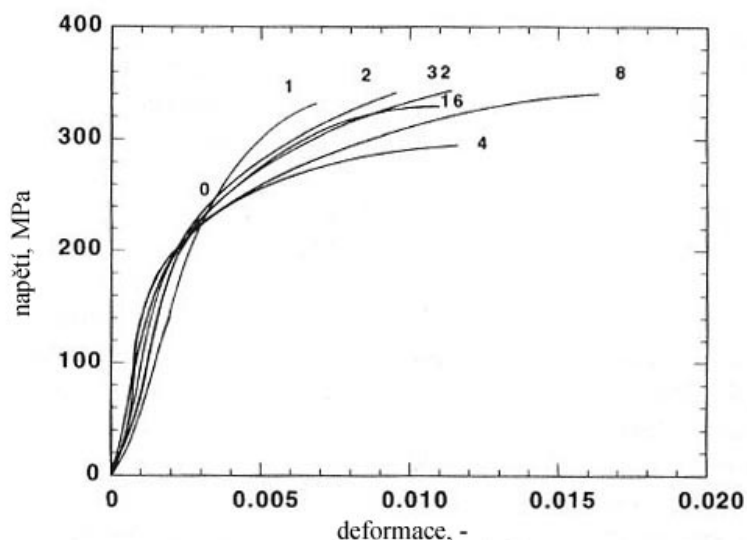
Bulge test byl poprvé aplikován v roce 1959. V počátku se testovaly filmy na substrátu Zapon (nitrocelulózní lak), který byl v určitém místě odstraněn. Tento film byl připevněn na konec měděné trubky, na který byl přiveden tlak o známé hodnotě. Následné prohnutí filmu bylo měřeno mikroskopem změnou ohniskové vzdálenosti nebo pomocí světelné interference. Pro testování na vzorcích s křemíkovým substrátem, se tento otvor vytvoří výběrovou chlorizací [2]. Je znám i pokus deponování zlata na NaCl substrátu s následným odříznutím vodním paprskem [13]. Na filmu lze vytvořit mřížku a deformaci lze určovat z posunutí jednotlivých rysek na filmu v různých úrovních zatížení. Dále byl pro měření vyvinut elektricky aktivovaný mikrometr a také Ne-He laserový interferometr a ultrazvukový tloušťkoměr pro měření výšky vrchlíku, který neměl přímý kontakt se vzorkem, který měl přesnost $\pm 50 \mu\text{m}$ a měřicí rozsah byl 1,25 cm [14]. Přesné stanovení výšky vrchlíku může představovat problém. Na obr. 8 je příklad zařízení pro tuto metodiku testování. V tomto zařízení vstřikuje čerpadlo glycerín do komory konstantní přesně známou rychlostí. Tlak média je měřen a objem je dán dobou vstřikování. Dále je při konstrukci nutné, aby poměr vstupního otvoru k tloušťce filmu byl alespoň 200-300 pro minimalizování efektů ohybové tuhosti. Při velkých deformacích se doporučuje držet rychlost deformace konstantní [2].



obr. 8 Schéma zařízení pro bulge test [1]

2.1.3.2 Výsledky bulge testu

Příklad výsledku tohoto testu je na obr. 9. Znázorňuje křivky napětí-deformace získané touto metodou u 1 μm tlustého filmu vytvrzované slitiny Al-2Cu [12]. Výklad výsledků tohoto testu je obtížný a nejednoznačný. Při zkoumání vlivu tloušťky filmu na mechanické vlastnosti se řada autorů dostává do rozporu. Obecně se předpokládá, že mechanické vlastnosti se budou zlepšovat se snižující se tloušťkou filmu, ale někteří autoři [13] došli dokonce k opačnému závěru. Proto je nutné při výkladu dat získaných tímto způsobem dbát zvýšené opatrnosti [2].



obr. 9 Křivky napětí-deformace vrstvy hliníku tlusté 1 μm, rozpouštěcí žihání po dobu 30 minut a teplotě 550 °C, stárnutí na teplotě 250 °C po dobu uvedenou u jednotlivých křivek v hodinách [12]

2.1.3.3 Analýza dat

Získané křivky tlak-deformace, bývají převáděny do klasických souřadnic napětí-deformace k určení materiálových charakteristik. Napětí pro kruhový otvor v jeho středu je dáno rovnicí

$$\sigma_m = \frac{Pr_0}{2t} = \frac{Pa^2}{4th} \quad (11)$$

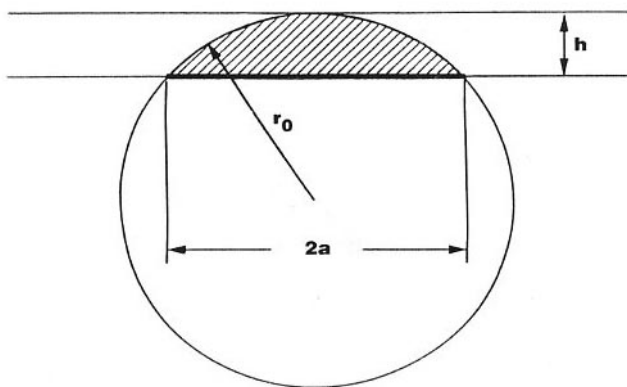
kde P je tlak kapaliny, r_0 poloměr křivosti vyboulení, h výška vyboulení, t tloušťka filmu, jak je ukázáno na obr. 10. Deformace odpovídající tomuto napětí se určí

$$\epsilon_m = \alpha \left(\frac{h}{a} \right)^2 \quad (12)$$

kde α je konstanta, která většinou nabývá hodnoty 2/3. Tato rovnice platí za předpokladu, že tvar vyboulení je kulovitý a film je rovinný při nulovém napětí. Kulového tvaru by mohlo být dosaženo, kdyby napětí rostlo exponenciálně s deformací. Ovšem to by musel koeficient deformačního zpevnění růst exponenciálně s deformací, což není zatím známé u žádného materiálu. Navíc film musí mít vetknuté okraje během testu, proto předpoklad kulového vyboulení musíme brát jen jako hrubé přiblížení [15].

Bylo dokázáno, že deformace je funkcí vzdálenosti od středu. Teoretické i experimentální výsledky se shodly, že rozložení deformace ve výduti je ovlivňováno plastickými parametry, a to mezí kluzu a koeficientu deformačního zpevnění. Tyto parametry ovlivňují tvar vyboulení. Materiály s vyšším koeficientem deformačního zpevnění se blíží ke kulovému tvaru. Naopak materiály s nízkým sklonem ke zpevnění mají velmi nehomogenní rozložení deformace, největší je na pólu, kde může docházet i k plastické nestabilitě (zúžení filmu), podobné jako u tvorby krčku u tahové zkoušky [16].

Objevily se další problémy při analýze tohoto testování. Již předem zmíněnou nemožnost dosažení kulového tvaru a přesnost určování výšky doplnily úvahy o počátečním stavu filmu při nulovém zatížení. Pokud je tento test prováděn na filmu, ze kterého byl v dané části odstraněn substrát, pak mohou zbytková napětí vést k zvrásnění filmu (tlaková napětí) nebo je tento film předepnut (tahová napětí). Metodou konečných prvků bylo zjištěno, že je třeba značného tlaku pro odstranění vrásek pro osově souměrné tvary vyboulení. U filmů předepjatých je třeba vzít do úvahy jeho velikost při určování křivek napětí-deformace. Velikost těchto nepřesností zatím nebyl zkoumán [17].



obr. 10 Schéma vrchlíku [2]

Některé problémy lze odstranit použitím vzorků, které mají čtvercový nebo obdélníkový tvar a sledovat výšku laserovým interferometrem. Dále získat čistě plastickou deformaci, opakováním testovacího cyklu až křivky zatížení a odtížení splynou. Jelikož výsledek je velice citlivý na počáteční výšku filmu je laserový interferometr použit ke zjištění topografie povrchu a testování pak začíná s dokonale plochým dnem. Dokonce se podařilo určit modul pružnosti a Poissonovo číslo pro nitrid křemíku, který se téměř shodoval s hodnotami určené nanoindentací [17].

2.1.4 Metody ohýbání paprsku (beam bending)

2.1.4.1 Testování samonosných tenkých vrstev

V této technice jsou používány vzorky, které mají tvar miniaturního vetknutého nosníku. Nanoindentační zařízení může být použito pro zatížení a měření průhybu filmu obr. 11. Modul pružnosti a mez kluzu se stanovuje z křivky zatížení-průhyb.

Za předpokladu malého průhybu, izotropního a homogenního materiálu, lze pro určení průhybu δ použít rovnici

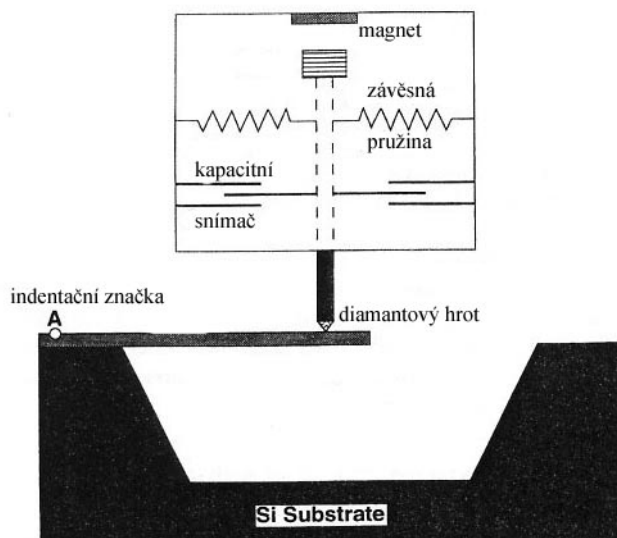
$$\delta = \frac{PL^3}{3EI} = \frac{4PL^3}{bEh^3} \quad (13)$$

kde P je zatížení, L je délka nosníku, h tloušťka, E modul pružnosti a I moment setrvačnosti.

Za předpokladu tenkého širokého vzorku ($b \gg h$) nastává rovinný způsob deformace a následně průhyb lze vypočítat

$$\delta = \frac{4(1 - \nu^2)PL^3}{bEh^3} \quad , \quad (14)$$

kde Youngův modul a Poissonovo číslo jsou určeny ze sklonu křivky zatížení-průhyb. Tato metoda lze použít i pro určení meze kluzu. To můžeme určit z křivky zatížení-průhyb, když tato křivka přestává být lineární, pak jsme v místě vetknutí dosáhli meze kluzu. Dále lze určit koeficient deformačního zpevnění. Za tímto účelem byla popsána plastická část křivky napětí-deformace rovnicí (13), nezbytné parametry byly stanoveny z experimentálních dat



obr. 11 Schematické znázornění zařízení pro „beam bending“

Používáním přístrojů pro nanoindenaci přináší několik problémů. Jelikož se používá ostrý hrot, má paprsek tendenci prohýbat se přímo pod hrotem. Dále je třeba vzít v úvahu tuhost testovacího zařízení a to, že při velkých deformacích může paprsek sklouznout po hrotu. Na všechny tyto problémy byly vyvinuty korekční procedury a byly shrnuty možné zdroje chyb, jiné než nepřesnost měření zatížení a průhybu.

Špatná vstupní geometrie:

- 1) Tvar paprsku, zejména tloušťka
- 2) Špatný úhel mezi paprskem a podporou
- 3) Podleptání nebo nedostatečné odleptání substrátu v oblasti podpory paprsku

Nesprávný deformační model:

- 1) Nezapočítání tuhosti ostatních částí (stroj, substrát)
- 2) Nelineární vztah mezi zatížením a průhybem u při velkých deformacích
- 3) Boční vyhnutí paprsku
- 4) Stříhové napětí při vysokém poměru tloušťka/délka

Modifikace nosníku vedla k rezonanční technice pro určování modulu pružnosti. Vzorky jsou elektrostatičky rozvibrovány a moduly se určují z pozorování vlastních frekvencí. Metodu jde aplikovat jak na různé izolanty, tak např. pro chrom [18].

2.1.4.2 Tenká vrstva na substrátu zatížena vnějším mechanickým napětím

Použitím stejného testovacího zařízení na paprsek, ze kterého nebyl zcela odstraněn substrát, lze také stanovit začátek plastické deformace. Rovnice pro průhyb však musí být doplněna o vlastnosti substrátu, tzn. použije se efektivní modul pružnosti a efektivní moment setrvačnosti.

$$\delta(L) = \frac{PL^3}{3(EI)_{eff}} \quad (15)$$

Pokud předem neznáme vlastnosti substrátu, lze určit modul pružnosti následovně. Nejprve deformujeme samostatný substrát, pak na tento substrát nanese film, a z rozdílů křivek zatížení-průhyb určíme materiálové vlastnosti. I při této metodě je možné pro stanovení vlastností využít hledání vlastních frekvencí [18].

2.1.4.3 Tenká vrstva na substrátu zatížena tepelným napětím

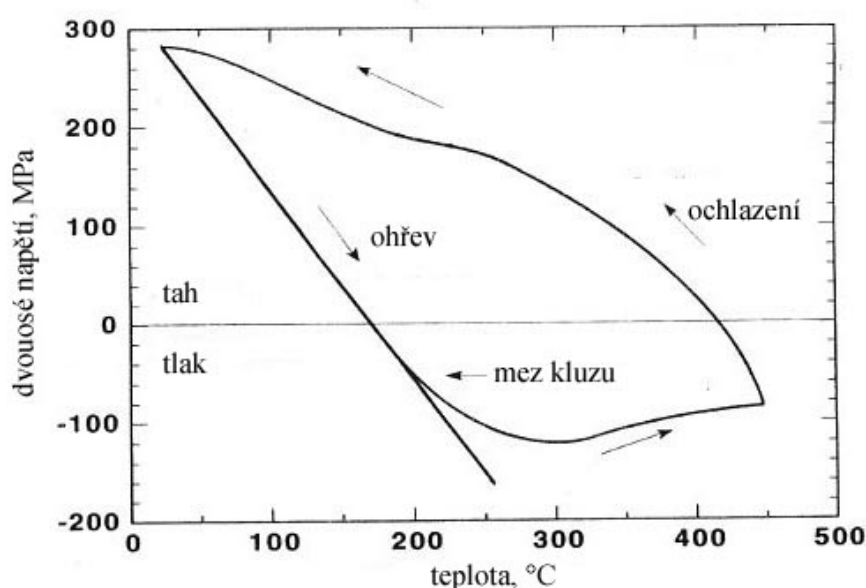
Tato zkouška může být prováděna na paprsku, ovšem častěji se provádí na vrstvách se substrátem bez zvláštní úpravy. Již bylo zmíněno, že tenké vrstvy mají odlišné vlastnosti, které se mohou značně lišit od objemového materiálu. Pro sledování plastického chování filmů na substrátech při teplotních změnách. Měněním teploty, rozdíl mezi tepelnou roztažností filmu a substrátu $\Delta\alpha$, způsobí deformaci filmu závislou na teplotě

$$\frac{d\sigma}{dT} = \frac{E}{1-\nu} \Delta\alpha \quad (16)$$

Relace mezi poloměrem křivosti této dvojvrstvy a působícím tepelným napětím je dán

$$\sigma = \left(\frac{E}{1-\nu} \right)_s \frac{h_s^2}{6Rh_f} \quad (17)$$

indexy s a f znamenají substrát a film. Protože deponované kovy mají relativně vysoký koeficient tepelné roztažnosti, jsou po ochlazení natahovány. Následný ohřev snižuje tato napětí a při překročení určité teploty se film začne stlačovat. Na obr. 12 je ukázán začátek plastické deformace v místě kde se křivka odchyluje od přímky [5].



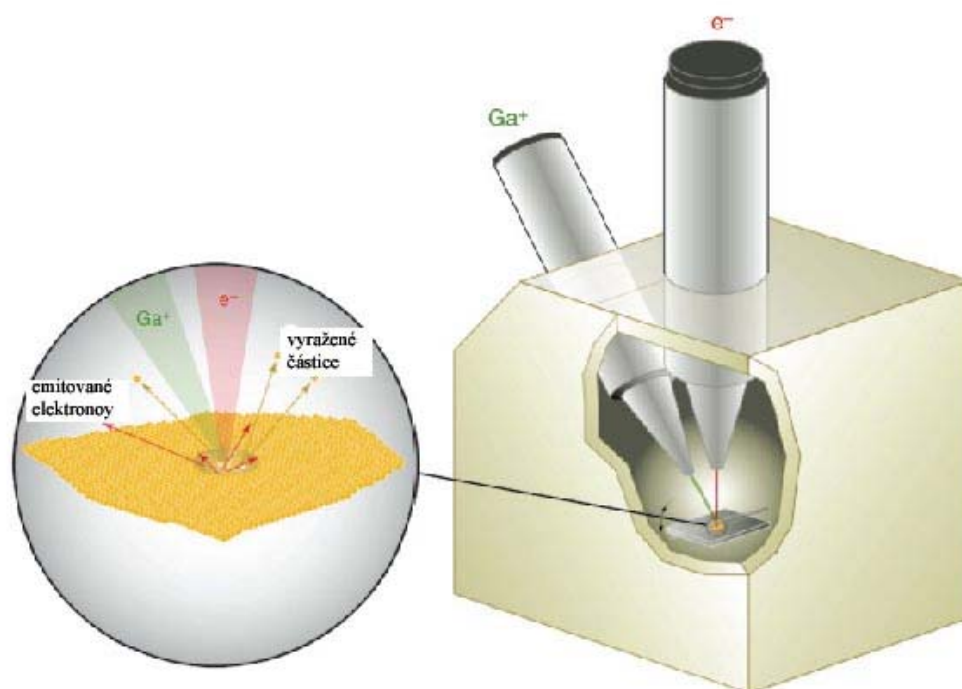
obr. 12 Křivka závislosti napětí na teplotě hliníkového filmu na křemíkovém substrátu [5]

2.2 Mikroskop s iontovým svazkem

Komerční dostupnost přístrojů s fokusovaným iontovým svazkem (dále jen FIB – focused ion beam), vedla k rychlému vývoji aplikací v materiálovém výzkumu. Přístroje FIB mají možnost jak zobrazovat, tak odprašovat materiál v řádech od stovek mikrometrů až po desítky nanometrů. V dalších částech této kapitoly budou uvedeny základy činnosti FIBu, budou popsány interakce iontů s povrchem vzorku, které vedou k mnoha unikátním možnostem, stejně jako k některým nechtěným artefaktům.

Přístroje FIB se začaly rozšířeně využívat v základních studiích materiálů a technologických aplikacích, protože nabízí vysokou rozlišovací schopnost a možnost flexibilního obrábění v jednom.

FIB přístroje jsou podobné rastrovacímu elektronovému mikroskopu (dále jen SEM – scanning electron microscopy), s výjimkou toho, že místo elektronového svazku je používán svazek iontů. Sekundární elektrony (dále jen SE – secondary electrons) jsou generovány interakcí iontového svazku a povrchu vzorku a mohou být použity k vytvoření obrazu s vysokým prostorovým rozlišením. Ve většině komerčně využívaných přístrojů je užíváno iontů galia a jejich použití umožňuje precizní odprašování vzorků. V kombinaci se vstřikováním plynu, umožní tyto systémy depozici aktivovanou svazkem iontů, výkonnější nebo selektivní odprašování.



obr. 13 Schematické znázornění přístroje typu Dual- Beam [19]

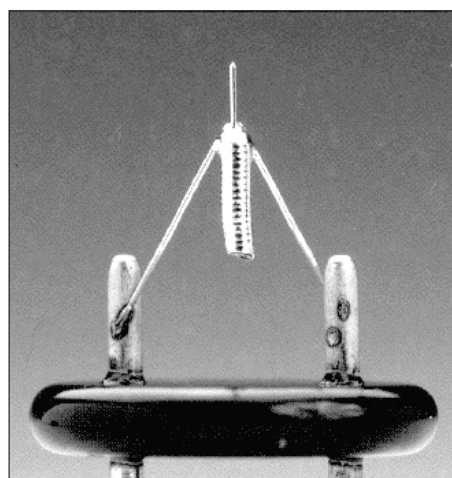
Během posledních 25 let se FIB technologie stala důležitou pro široké pole vědeckých aplikací, od přípravy vzorků pro transmisní elektronovou mikroskopii (dále jen TEM – transmission electron microscopy), k mikrostrukturní analýze a prototypování až po nanometrickou úroveň. U většiny moderních zařízení FIB je iontový tubus vhodně spojen s tubusem elektronovým a vzniká tak přístroj se dvěma svazky tzv. Dual Beam, který se tak

stává všestranným nástrojem (obr. 13) pro zobrazování, odprašování, depozici materiálů v měřítku od několika nanometrů po stovky mikrometrů. FIB je silný nástroj pro lokální chemickou depozici z plynné fáze (CVD – chemical vapour deposition) pomocí vstřikování plynu.

V 80-tých letech 20. století byla zařízení s FIB spojena s polovodičovým průmyslem jako nástroj pro opravy a editaci litografických masek a integrovaných obvodů. V 90-tých letech se FIB začalo používat ve výzkumných laboratořích a dnes jsou komerčně dostupné od více výrobců. Přístroje FIB jsou oblíbené při výrobě vzorků pro TEM, mikrostrukturní analýzu, nanoobrábění a dvou-svazkové přístroje jsou všestranným nástrojem pro materiálové vědce [19] a [20].

2.2.1 Iontové zdroje

U všech komerčních a ve většině výzkumných systémů se používá kapalný kovový iontový zdroj (LMIS - liquid metal ion source). Současné iontové zdroje poskytují při použití vhodné optiky jasný a vysoce fokusovaný svazek. Existuje více různých materiálů pro LMIS, nejpoužívanější je galium. Další použitelné kovy jsou In, Bi, Sn a Au. Galium bylo vybráno díky výhodám oproti těmto kovům, což je nízká teplota tání (30°C), nízká těkavost a nízká tenze par. Díky nízké teplotě tání galia není obtížné zdroj navrhnout a provozovat, protože Ga nereaguje s materiálem jehly (typicky W) a jeho vypařování je zanedbatelné a je při provozu zdroje stabilnější než ostatní kovy. Během činnosti teče Ga z nádržky ke špičce jehly (s poloměrem asi $10\mu\text{m}$), kde jsou ionty vytrhávány silným elektrickým polem, které vzniká mezi špičkou jehly a extrakční elektrodou. Toto elektrické pole má intenzitu 10^{10} V/m na špičce jehly. Rovnováha mezi elektrostatickými silami a povrchovým napětím kapalného galia na špičce jehly má za následek vytvoření tzv. Taylorova kužele. Pro typicky používané emisní proudy je průměr špičky Taylorova kužele asi 5 nm [19].



obr. 14 LMIS, základní černá část cca 8mm

2.2.2 Optická část

Nejjednodušší a nejpoužívanější optické soustavy v iontovém tubusu se skládají ze dvou čoček (kondenzorová a objektivová) používané k zaostření svazku. Dále je velikost svazku omezena clonami, jejichž průměr určuje proud svazku. Dále jsou nutné vychylovací elektrody (čočky) pro rastrování, čočka pro korekci sférické vady (zajištění kruhového profilu svazku) a vysokorychlostní clonu k rychlému odklonění iontového svazku. Protože síly potřebné k zaostření svazku jsou u elektromagnetických čoček úměrné hmotnosti částic, je nepraktické takovéto čočky používat (vážíly by tisíce kilogramů). Z tohoto důvodu se namísto elektromagnetických čoček používaných v elektronových tubusech používají čočky elektrostatické [19].

Typická urychlovací napětí používaná u iontových svazků jsou od 1 do 30 keV , proudy se pohybují v řádu 10^0 až 10^4 pA . Velký proudový rozsah umožňuje jak pozorování

při vysokém rozlišení na citlivých vzorcích (malé proudy), tak rychlé odstraňování materiálu (velké proudy) [20].

Velikost a tvar svazku rozhoduje o rozlišení obrazu a preciznosti odprašování. Obecně, čím menší průměr svazku, tím lepší dosažitelné rozlišení a preciznost odprašování, i když požadavky na tyto dvě aplikace nejsou úplně stejné. Velikost svazku je omezena chromatickou vadou, která vzniká při šíření svazku díky prostorovému náboji v iontovém zdroji a sférickou vadou, kterou způsobují čočky [19].

2.2.3 Pracovní komora

Vzorky pozorované v mikroskopech s iontovým (i elektronovým) svazkem se připevňují na motorizovaný uzemněný stolek s možností pohybu v 5 osách (tři posuvy a dvě rotace). Při běžných pracovních podmínkách je komora z korozivzdorné oceli a je v ní udržováno vakuum asi 10^{-4} Pa [1]. Pomocí pohybu stolku hledáme a udržujeme eucentrickou polohu. Eucentrická poloha je u dvou-paprskových přístrojů bod, ve kterém se tyto dva svazky kříží. Celkový proud dopadajících částic na stolek je možné měřit pomocí citlivého ampérmetru [20].

2.2.4 Vakuový systém a doručování pracovních plynů

Vakuový systém je nutný pro udržování potřebného tlaku uvnitř komory v iontovém i elektronovém tubusu. Rotační nebo šneková vývěva je použita v kombinaci s turbomolekulární vývěvou pro čerpání pracovní komory. Tubusy bývají navíc čerpány jednou nebo dvěma iontovými vývěvami.

U většiny přístrojů s iontovým svazkem je k dispozici systém pro přenos plynů k povrchu vzorku (GIS - gas injection system). Tyto plyny jsou přiváděny vhodným potrubním systémem a doručovány k povrchu vzorku. Plyny se používají pro rychlejší nebo selektivní odprašování nebo pro deponování materiálu [20].

2.2.5 Interakce iontového svazku se vzorkem

Když iont narazí na povrch vzorku, ztrácí svoji kinetickou energii a předává ji atomům vzorku. Předání energie se děje několika způsoby:

- zpětný rozptyl iontů
- elektromagnetické záření
- emise elektronů
- atomární odprašování a emise iontů
- poškození vzorku
- ohřívání vzorku

Iont, který ztratí svoji kinetickou energii, je implantován do jeho povrchu. S výjimkou elektromagnetického záření jsou všechny uvedené procesy důležité pro FIB a pro FIB-SEM systémové aplikace. Tyto procesy budou popsány v dalších bodech [19].

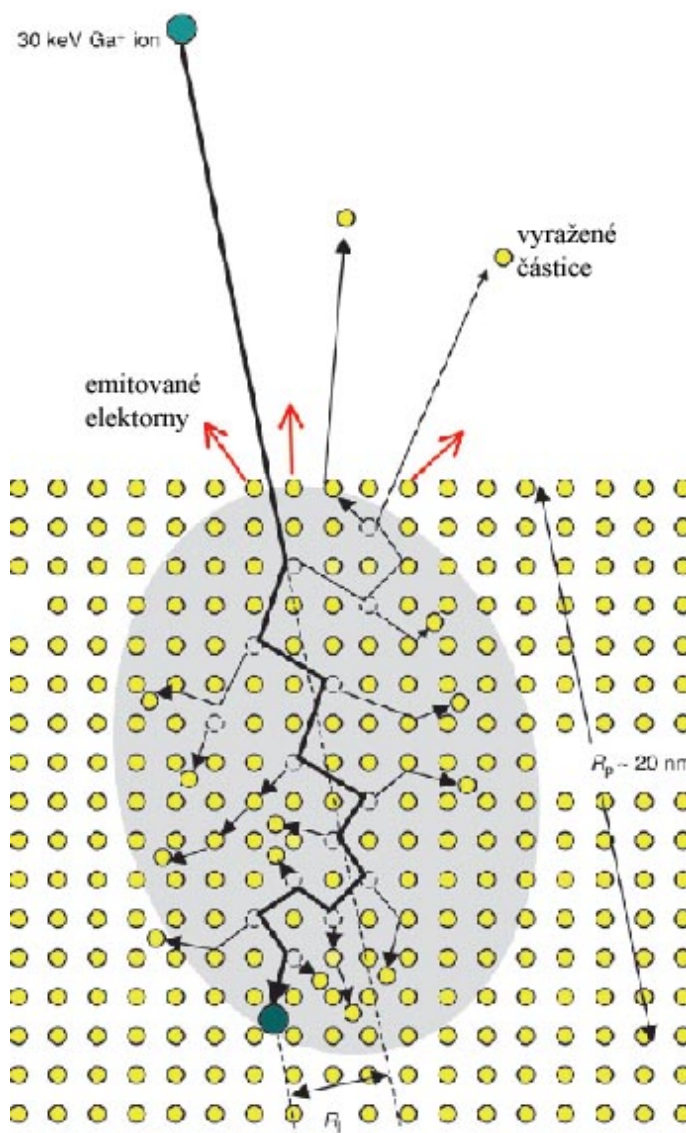
2.2.6 Kolizní kaskáda

Kinetická energie a hybnost iontu jsou do vzorku přeneseny pružnými i nepružnými srážkami. Při nepružných srážkách (nazývané elektronová energiová ztráta) je energie iontů předána elektronům ve vzorku, což má za následek ionizaci a emisi elektronů a elektromagnetické záření ze vzorku. V pružných srážkách (nazývané atomová energiová ztráta) je energie přenesena jako translační energie (posun původních atomů), což může mít za následek poškození nebo odprašování povrchu vzorku.

Nejpoužívanější model interakce iontů a povrchu vzorku je kolizní kaskáda (obr. 15) [21]. Pro případ 5-30 keV iontů galia, které dopadají na povrch, popisuje kolizní kaskáda tento dopad jako sérii nezávislých binárních srážek (lineární kolizní kaskádový režim). Pokud je translační energie přivedená do atomu vzorku vyšší než určitá kritická energie, tak je atom vyražen ze svého původního místa a může se vytvořit například pár intersticiál – vakance, máme-li krystalický vzorek. Tyto primární vyražené atomy mají dostatečnou energii k tomu, aby vyražely další atomy (sekundární odrážení), a tak se vytváří soubor, ve kterém má velké množství atomů energii vyšší než kritickou. Pokud srážka nastane blízko povrchu, může být atom vyražen ze vzorku pryč. Translační energie bývá 20 eV, což je mnohem větší než je vazební energie atomů (1 eV). Vazba je porušena ve velmi krátkém čase, proto lze tyto srážky označit za nanoadiabatické.

Ke zkoumání této problematiky byly vyvinuty simulace těchto procesů, založené na molekulární dynamice. Dalšími používanými metodami jsou

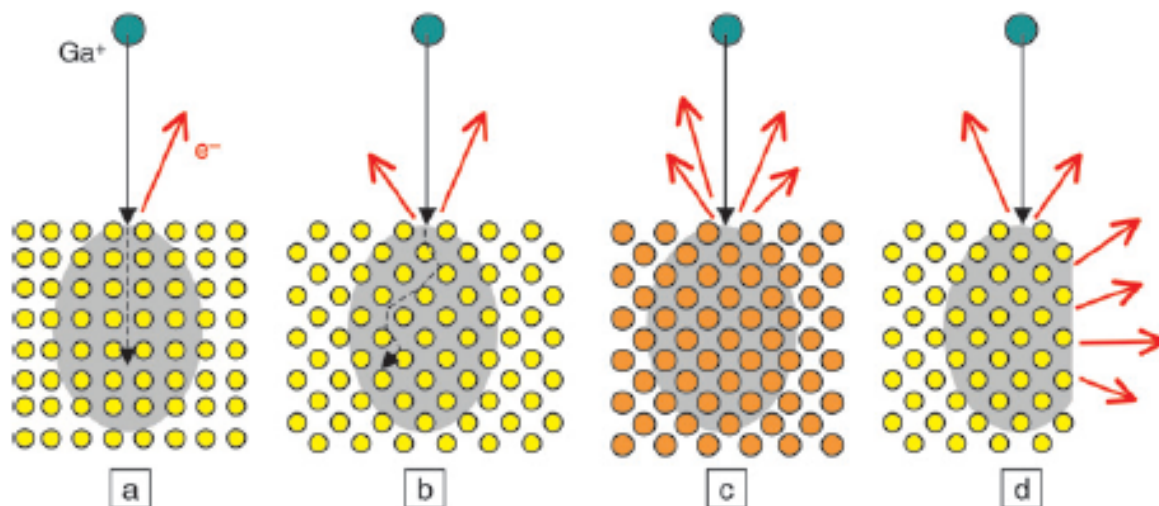
simulace typu Monte Carlo. Nejpoužívanější simulace Monte Carlo jsou programy TRIM (Transport range of Ions in Matter) a SRIM (Stopping range of Ions in Matter). Takové výpočty pro 30 keV ionty Ga implantované do materiálů od Li pro Bi ukazují, že energie předaná atomům je asi dvakrát větší než energie předaná elektronům pro jejich emisi. Většina energie předaná atomům je absorbována kmity nebo teplem, jen malá část utvářením vakancí. Mohou vzniknout neshody mezi skutečností a simulací, protože tyto simulace pracují s ideálně izotropním vzorkem a nepostihnou kanálové efekty. I tak jsou nedocenitelné při odhadu dopadu iontů na povrch vzorku [22].



obr. 15 Kolizní kaskáda

2.2.7 Zobrazování svazkem iontů

Stejně jako v SEM, svazek iontů rastruje přes vzorek. Interakcí vznikají sekundární částice (neutrální atomy, elektrony a ionty) a elektromagnetické záření, které můžeme detekovat.



obr. 16 Vliv krystalové orientace, atomového čísla a povrchového reliéfu na využití iontů [19]

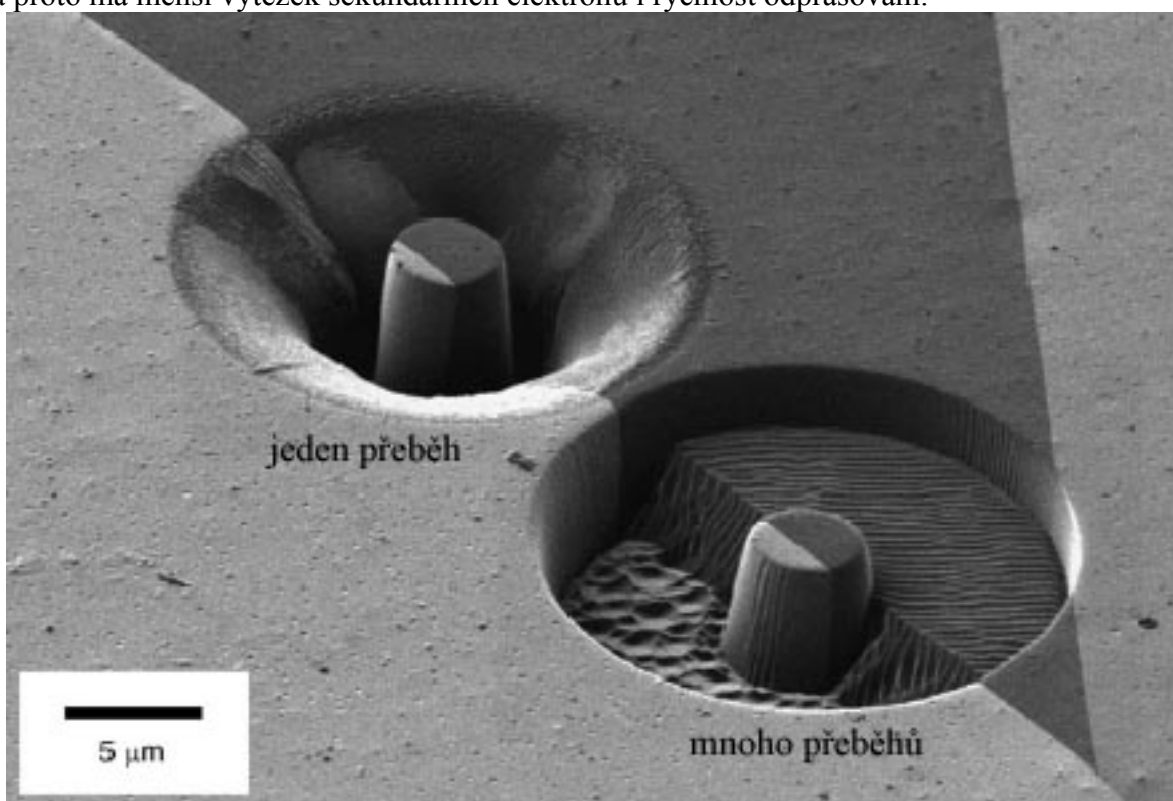
Na detektorech je kladné nebo záporné napětí, podle toho, zda detekujeme sekundární elektrony vybuzené ionty (dále jen ISE – ion induced secondary electrons) nebo sekundární ionty. Využití ISE závisí na oxidaci a znečištění povrchu. Sekundární ionty mohou být také použity pro analýzu SIMS (secondary ions mass spectroscopy). Pro zabránění kladného nabití povrchu (např. u nevodivých vzorků), může být povrch vzorku exponován svazkem elektronů. Takto je možno pozorovat a obrábět i nevodivé materiály.

Současné přístroje neumožňují fokusovat iontový svazek tak jako elektronový, což je také důvod obecně nižšího rozlišení. Ovšem mechanismus vzniku kontrastu je u ISE odlišný od SE a tento kontrast nám poskytuje informaci o povrchu vzorku a krystalové orientaci. Díky vyšší hmotnosti je iont, na rozdíl od elektronu, schopen proniknout do materiálu v závislosti na krystalové orientaci a povrchovém reliéfu. Na obr. 16a a obr. 16b je ukázáno jak závisí hloubka průniku iontu na krystalové orientaci, pro případ 15a získáme méně ISE než pro případ 16b. Obrázek obr. 16c ilustruje, že v případě těžších prvků dochází k více srážkám blízko u povrchu, což opět způsobuje větší množství emitovaných ISE. Na obr. 16d je ukázáno, jak povrchový reliéf může zvýšit počet interakcí blízko povrchu, což opět způsobuje větší množství generovaných ISE. Díky kanálovému kontrastu je možné na ideálních vzorcích např. Cu nebo Au odhalit lamely dvojčet úzké 20 nm a zrna o velikosti 50 nm [19] a [20].

2.2.8 Iontové odprašování

Použitím vyšších proudů iontového svazku snadno dosáhneme odstraňování materiálu ze vzorku díky fyzikálnímu odprašování materiálu ze vzorku. Řízeným skenováním svazku můžeme získat libovolné tvary. Kvantitativní hledisko odprašování je komplikované a závisí na materiálu vzorku, krystalové orientaci, úhlu dopadu iontového svazku a rozsahu redepozice (zpětné usazování odprašených atomů na vzorek).

Se zvyšujícím se úhlem dopadu (0° znamená kolmý dopad iontů na povrchu) roste průřez kolizní kaskády a počet odprášených atomů roste (podobný efekt jako při emisi elektronů na obr. 16d). Maximální výtěžek iontů je při úhlu dopadu 75° až 80° . Tento efekt byl pozorován na různých materiálech včetně monokrystalického Si, amorfním SiO_2 a polycrystalickým Au a W. Amorfní látky jsou ideální pro toto studium, protože v amorfní struktuře chybí efekty kanálování. O to je složitější chování krystalických materiálů, kde jsou tyto efekty přítomny. Výtěžek iontů se může měnit až o řád pro materiály jako je např. Cu pro krystalografickou orientaci vhodnou nebo nevhodnou pro efekt kanálování. Důvodem je, že při snadném kanálování iont pronikne hlouběji do krystalu a i když poté dojde k vyražení atomu materiálu z jeho mřížkové polohy, pravděpodobnost, že se vyražený atom dostane až na volný povrch je malá. Analogie pro výtěžek elektronů je ukázána na obr. 16a a obr. 16b. Efekty kanálování jsou evidentní na obr. 17. Tmavší zrno má lepší orientaci pro kanálování, a proto má menší výtěžek sekundárních elektronů i rychlost odprašování.

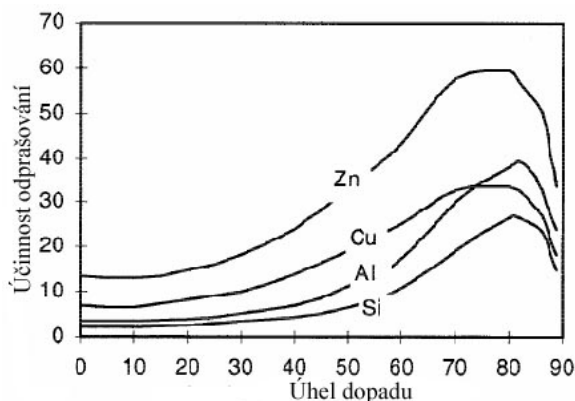


obr. 17 Ukázka kanálového efektu na mědi a rozdíl mezi jedním přeběhem s dlouhým časem a mnoha přeběhy [19]

Odprášené profily také závisí na způsobu skenování. Např. při odprašování mezikruží (prstence) je markantní rozdíl mezi rychlými přeběhy (víceprůchodové odprašování) a jedním pomalým přeběhem (jedenprůchodové odprašování) při stejné dávce iontů. Při víceprůchodovém odprašování se objeví vliv kanálování, tmavší zrno je odprášeno méně díky jeho menšímu výtěžku. Jedenprůchodové odprašování při skenování zvenku dovnitř, má za následek hlubší řez z důvodu vzniku hrany, tzn. změně úhlu dopadu iontového svazku a zvýšení výtěžku. Dále jsou při tomto způsobu odprašování (jeden pomalý přeběh) eliminovány kanálové efekty.

Redepozice snižuje efektivní výtěžek odprašování a mění tvar odprašovaných profilů. K tomuto snížení dojde, protože jednou odprášený materiál se znovu usadí na vzorku a musí být odprášen ještě jednou. Redepozice také udává důvod, proč nemohou být pomocí FIBu vytvořeny dokonale svislé stěny bez nutnosti naklánění vzorku. To je také díky rozptylu svazku (z angl. beam tail) a snížení efektivy odprašování pro vysoké úhly.

Při odprašování dochází ke zdrsnění povrchu. To je přisuzováno povrchové difuzi, která povrch uhlazuje. Výtěžek odprašování opět závisí na tomto zvlnění, stejně jako závisí na úhlu dopadu. Toto zvlnění vzniká i při kolmém dopadu iontů a je závislé na krystalografické orientaci, jak je vidět na obr. 17. To je přisuzováno rozdílné povrchové difuzi u různě orientovaných krystalů. Další neobvyklé efekty jsou stále objevovány a je zaznamenáván pokrok v predikci procesu odprašování daných profilů [19] a [20].



obr. 18 Vliv úhlu dopadu na účinnost odprašování

2.2.9 Poškození iontovým svazkem

Hlavní nevýhoda zobrazování a odprašování ionty, zvláště při přípravě vzorku pro TEM, je poškození materiálu svazkem iontů. Se zvyšující se dávkou iontů se jednotlivé kaskádové regiony překrývají a vzniká poškozená povrchová vrstva. Poškození závisí na materiálu vzorku a jeho teplotě. Poškození se může projevit vznikem amorfni struktury, bodových defektů, dislokací, tvorbou nových fází, změnou velikosti zrn nebo dalšími neobvyklými účinky. S výjimkou amorfizace křemíku je systematické sledování poškození iontovým svazkem v začátcích.

Amorfizace svazkem iontů je dobře známý efekt a byl intenzivně studován u materiálů s kovalentní vazbou např. Si, Ge, GaAs a C (ve formě diamantu). Protože kovalentní vazba je silně směrová, brání při dopadu iontů přeskupení základních atomů. Tato amorfni vrstva je pozorována i na okraji folií pro TEM u čistých kovů, které jsou krystalické a nemají směrové vazby. To je pravděpodobně způsobeno nečistotami jako je C, Ga z iontového zdroje a O, který je i při nízkém vakuu přítomen v komoře [19].

Během zobrazování a odprašování iontovým paprskem se mohou tvořit dislokační smyčky a bodové defekty. Systematické studie těchto jevů nejsou prováděny, ačkoliv je evidováno mnoho samostatných pozorování, jak publikovaných, tak nepublikovaných. Např. měď má velký sklon k poškození ionty, naopak hliníkové folie pro TEM jsou použitelné i pro vysokorozlišovací TEM. Je pozorováno několik dalších neobvyklých forem poškození, a to tvorba povrchové galiové fáze nebo růst zrn jemnozrnného čistého niklu. Odprašování materiálů, které se rozkládají při nízkých teplotách, může vést k chemickým změnám v povrchové oblasti [19].

2.2.10 Implantace Ga do vzorku

Zobrazování a odprašování ionty galia má vždy za následek začlenění galia do povrchu vzorku. Povrch vzorku je odprašován úměrně dopadajícimu množství iontů, původní povrch bez galia je obohacován až do tzv. ustáleného stavu, kdy je počet iontů galia implantovaných do povrchu shodný s množstvím galia ze vzorku vyraženého. Pokud budeme

ignorovat možnou difúzi galia do materiálu, lze rozdíl v molárních objemech v ustáleném stavu vyjádřit vztahem:

$$f_{Ga} = \frac{1}{\alpha Y} \quad (18)$$

kde α je podíl iontů, které nejsou odrazeny nebo zpětně rozptýleny, Y je výtěžek odprašování, tj. počet odprašených atomů jedním dopadajícím iontem a součin αY je výtěžek odprašování za jeden implantovaný iont. Tato rovnice použitá v simulaci TRIM udává, že jedním přicházejícím iontem je odprašen 1 až 20 atomů a relativní atomové podíly galia na povrchu se pohybují mezi 1% a 50%. Protože výtěžek odprašování je závislý na úhlu dopadu iontového svazku, očekává se, že při šikmém dopadu bude koncentrace Ga v ustáleném stavu asi 5-10krát menší než při dopadu kolmém. Naopak se očekává, že kanálovací efekt bude tuto koncentraci zvyšovat.

Experimentální určování koncentrace galia v povrchové vrstvě přináší drobné komplikace. Standardní energiově disperzní analýza (EDS – energy dispersive spectroscopy) v SEM tenkou vrstvu obohacenou o galium přehlédne. Vhodnou metodou pro zjištění koncentrace galia je spektroskopie Augerových elektronů, která také může podhodnotit množství galia v povrchové vrstvě kvůli přítomnosti uhlíkatých nebo oxidických vrstev, zejména vrstvy založené na uhlíku vznikají při pozorování v SEM a odprašované FIBem. Nejlepší shodu s výsledky simulací vykazuje hloubková Augerova analýza nebo chemická analýza v TEM.

Všechny tyto úvahy se však stávají daleko složitější ve slitinách nebo pokud budeme uvažovat difúzi nebo reakce galia s povrchem. U některých kovů s fcc mřížkou se může tvořit speciální povrchová fáze. Tato fáze je spojená s krystalovou strukturou a efekty kanálování omezují schopnost získání kvalitních obrázků těchto materiálů [19].

2.2.11 Ohřev svazkem iontů

Během iontové implantace se téměř všechna energie převede na teplo a jen malá část této energie způsobí emisi částic, záření a tvorbu defektů. Maximální teplota ve vzorku závisí na intenzitě svazku (jeho výkon P), urychlovacím napětí, tepelné vodivosti (k), geometrii vzorku a kontaktu k tepelným akumulátorům. Svazek má v komerčních systémech maximální hodnoty výkonu kolem 1 mW. Když svazek iontů dopadá na rovinnou plochu, je přestup tepla z bodu dopadu tak účinný, že i bez přítomnosti tepelného akumulátoru (např. vzorek s jedním nekonečně malým rozměrem) lze konečné zvýšení teploty v ustáleném stavu určit pomocí vztahu:

$$T = \frac{P}{\pi a k} \quad , \quad (19)$$

kde a je poloměr iontového svazku na povrchu vzorku. Hodnoty P/a , dostupné v komerčních systémech, se pohybují mezi 1 až 1000 W/m a zvýšení lze počítat, jak pro vzorky s dobrou tepelnou vodivostí, tak pro vzorky se špatnou tepelnou vodivostí. Například Si ($k = 148$ W/mK) zvyšuje svoji teplotu maximálně o 2 °C i pro nejvýkonnější svazky, na rozdíl od toho u polymerních nebo biologických materiálů je takto malé zvýšení teploty dosažitelné pouze velmi slabé svazky.

Ohřev vzorků může být omezen umístěním do kontaktu s akumulátorem tepla. Na druhé straně při zobrazování nebo obrábění vzorků pro TEM, membrán nebo jiných tvarově složitějších vzorků roste teplota, protože geometrie vzorku omezuje přestup tepla. Nejhorší podmínky pro ohřívání vzorku jsou, když je přestup tepla redukován pouze na jeden rozměr. Zobrazování nebo obrábění materiálů s nízkou tepelnou vodivostí nebo složitou geometrií může vést k extrémnímu nepříjemnému nárůstu teploty a to i pro nejmírnější svazky používané v komerčních systémech [19].

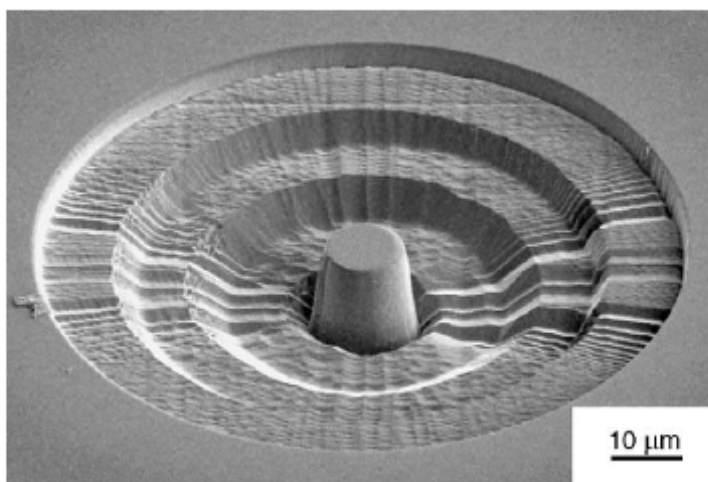
2.3 Nanokompresní zkoušení objemových materiálů

V této kapitole popíšeme práci [23] využívající mikrometrické vzorky připravené pomocí FIB a zatěžované v kompresi. První takové experimenty byly provedeny v laboratoři prof. Dimiduka v roce 2005 [23].

2.3.1 Příprava vzorku pomocí FIB

Mikrovzorek je zhotovován pomocí fokusovaného iontového svazku (FIB), z objemového materiálu. FIB systémy jsou výtečné pro vytváření 3D struktur při udržení submikrometrické přesnosti, a to jak v kovových, tak nekovových materiálech.

Proces přípravy začíná uchycením a vyleštěním objemového vzorku a jeho přilepením vodivou stříbrnou pastou na standardní držák používaný v rastrovací elektronové mikroskopii (SEM). Dále je povrch vzorku orientován kolmo vůči FIB tubusu. Je provedena série prstencových vzorů jak je vidět na obr. 19. Odstranění tak velkého množství materiálu má tyto důvody: dovolí zobrazit boční stěny vzorku před i po deformaci, což je důležité pro

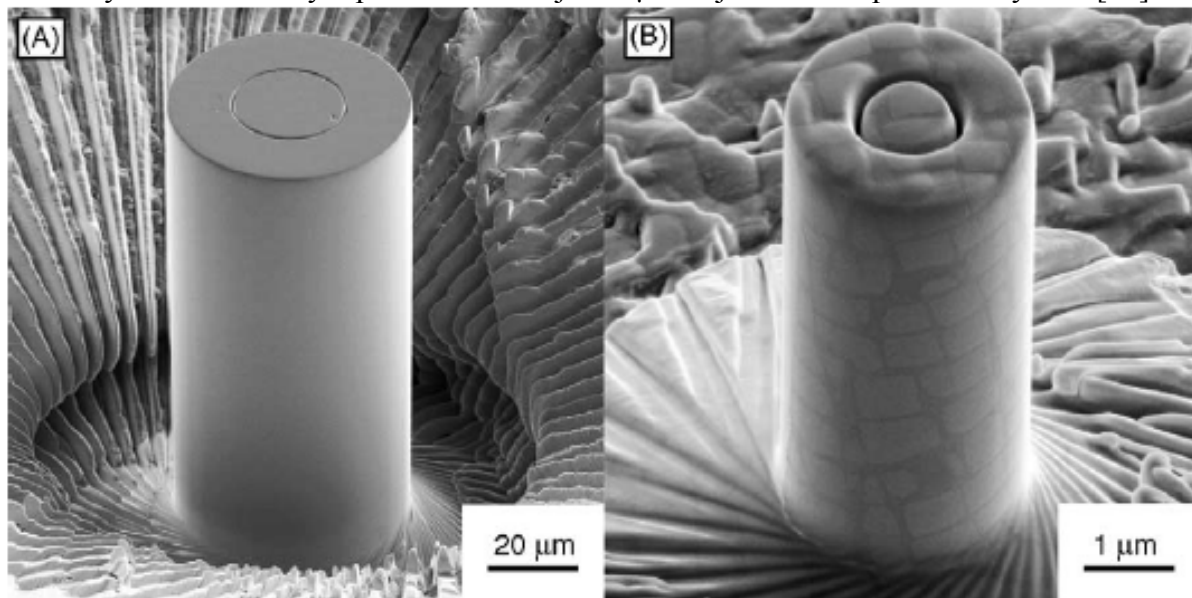


obr. 19 První krok pro přípravu vzorku průměru 5 μm a výšky 12 μm , doba přípravy cca 240 minut [23]

další postup přípravy vzorku, dále zajistí že plochý indentor nepřijde do kontaktu s ničím jiným než se vzorkem a sníží pravděpodobnost, že se odstraňovaný materiál bude znovu usazovat na vzorek. Pro tento krok se obvykle používá vyšších proudů (5-20 nA), protože je potřebné odstranit velké množství materiálu. Čas pro zhotovení tohoto prvního kroku se dá snížit dalším zvýšením proudu, ovšem velikost stopy a poškození ionty také velmi vzroste. Což také musí být vzato do úvahy, aby nebyl poškozen výsledný vzorek. Na obr. 19 je možné sledovat zkosení bočních stěn mezikružích. Toto zkosení se dá eliminovat snížením intenzity iontového svazku, ovšem je obtížné tímto způsobem dosáhnout jednotného průřezu, zvláště pro vícefázové nebo polykrystalické slitiny.

Dále je vzorek nakloněn vůči iontovému svazku o 28° a jsou používány nižší proudy (0,1-3 nA). Po naklonění je zobrazena jedna část vzorku a je možné odstranit zkosení boční stěny. Dále je vzorek postupně otáčen okolo svojí osy po $5-10^\circ$ při dodržení náklonu. Tento způsob dokončení se v určitém smyslu podobá soustružení. Takto lze přesně stanovit výšku a průměr mikrokompresního vzorku a definovat přechodovou oblast.

Tento postup lze vhodným skriptem pro přístroj zcela automatizovat. Program užívá kruhovou značku pro lokalizaci místa, kde má být prováděno odprašování, která je vidět i na dokončených vzorcích na obr. 20. Kruhová značka má výhodu v tom, že její tvar se při natáčení nemění. Tímto způsobem dosáhneme zrychlení a zpřesnění celého procesu, oproti manuálnímu nastavování každého jednotlivého vzoru. Výsledný tvar je téměř dokonale válcovitý. Ovšem vzorky v průměru menší jako 2 μm nejdou tímto způsobem vyrobit [23].

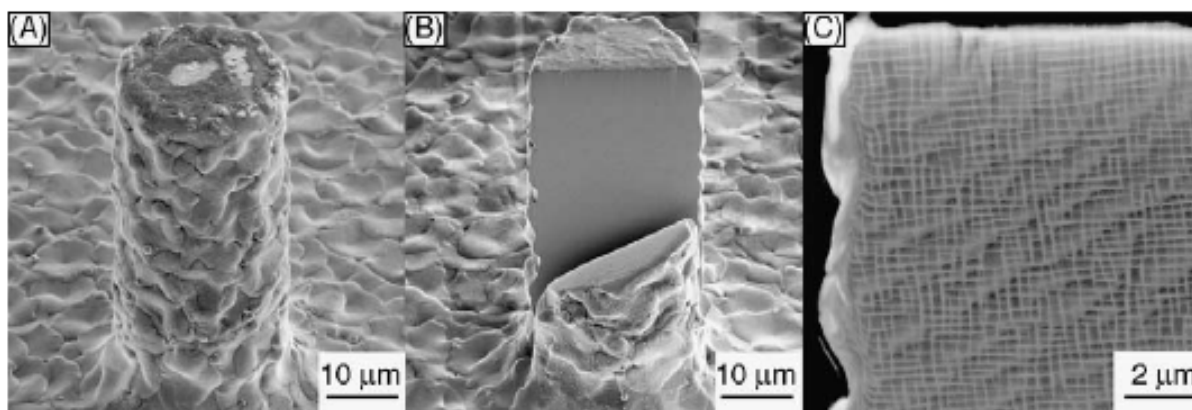


obr. 20 (A)-dokončený vzorek průměru 20 μm ; (B)-2 μm [23]

2.3.2 Alternativní metody a geometrie vzorku

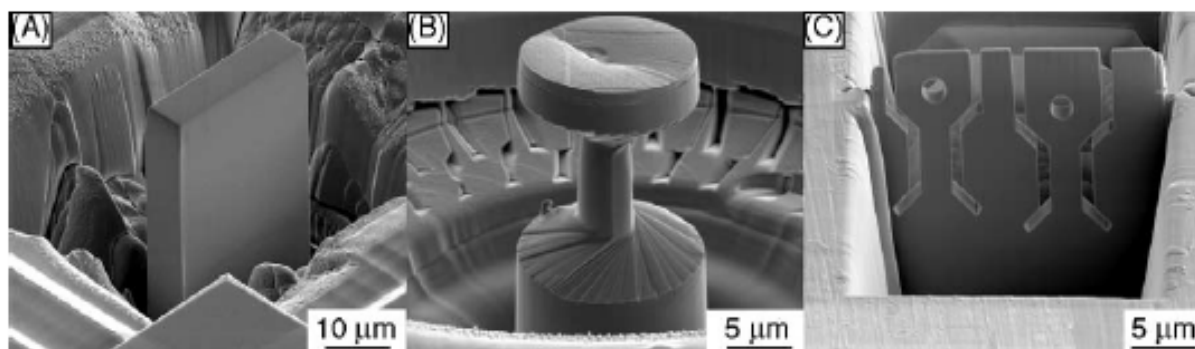
Z předchozí části je zřejmé, že taková výroba vzorků je velmi časově náročná, což komplikuje získání statisticky významného souboru. Jedním ze způsobů zrychlení tohoto procesu je použití reaktivního plynu během odprašování. Tyto plyny jsou schopny proces zrychlit až 20krát, ovšem nevýhodou je, že mají sklon leptat selektivně, což je problém u vícefázových nebo polykrystalických materiálů.

Další možnosti jak snížit rychlost, je použití laserové ablace a mikroelektrojiskrového obrábění (EDM - electric discharge machining). EDM je schopno předpřipravit vzorek asi za 15 minut, což je zlomek času v porovnání s přípravou pomocí FIB. Ovšem geometrie vzorku a jakost povrchu je zcela nevyhovující, povrchová vrstva je navíc poškozena natevením (obr. 21A). Na obr. 21B je příčný řez poškozenou vrstvou provedenou FIBem, a na obr. 21C je vidět, že poškozená vrstva má tloušťku maximálně 2 μm , což lze snadno odstranit pomocí FIBu použitím druhého již popsaneho kroku přípravy.



obr. 21 Výroba vzorku pomocí elektrojiskrového obrábění [23]

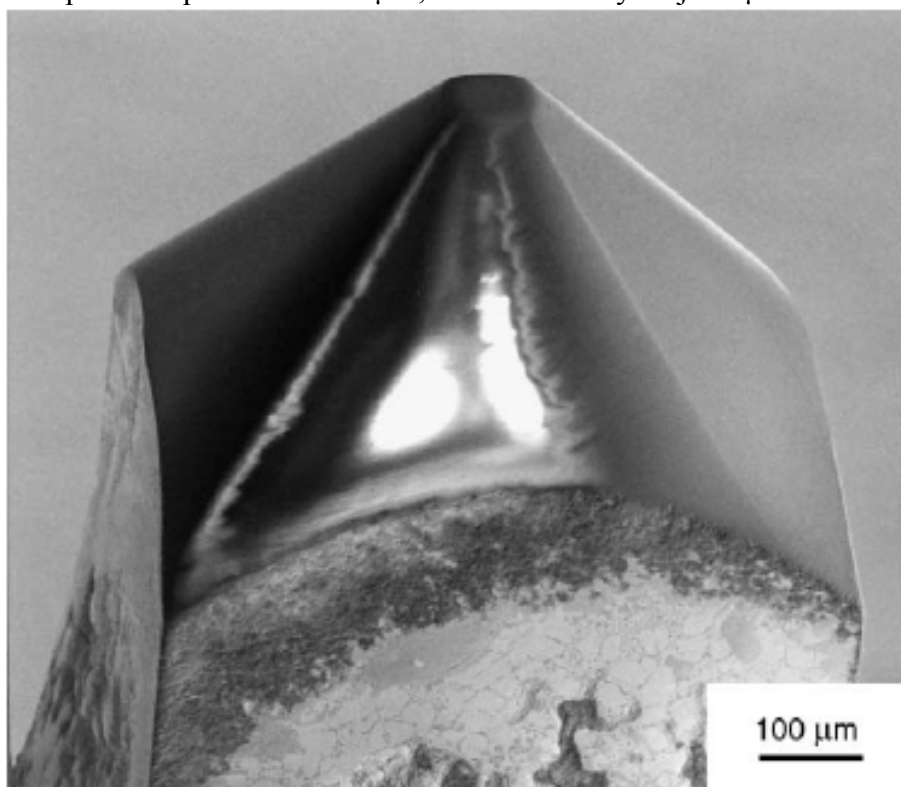
FIB je velice široce použitelný pro přípravu i jiných tvarů zkušebních mikrovzorků. Lze jím vytvořit řadu různých tvarů zkušebních vzorků a to přesně v mikro měřítku. Tři další možnosti geometrie je na obr. 22. obr. 22A je také vzorek pro zkoušku v kompresy a používá se pro sledování efektu změn velikosti vzorku podél určitého krystalografického směru, obr. 22b je další modifikace kompresního vzorku. Na obr. 22C je vidět možná geometrie pro tahové vzorky [23].



obr. 22 Alternativní geometrie pro zkoušení vzorků malých rozměrů [23]

2.3.3 Mechanické zkoušení

Vzorky byly zkoušeny pomocí komerčně dostupného nanoindentačního zařízení MTS Nano XP. Tento systém je určen pro vykonávání a snímání malých posuvu a malých zatížení. U tohoto systému stačí vyměnit ostrý diamantový hrot za hrot plochý. Rychlost posuvu bývá mezi 1 a 5 nm/s. Během testu je nutné zachovávat dokonalou čistotu, protože i malé částičky prachu mohou ovlivnit homogenitu rozložení napětí a měřené posunutí. Další problém je možnost pouze částečného kontaktu hrotu se vzorkem, to je ovšem kompenzováno tím, že plochý hrot má plošku o průměru 50-60µm, zatímco vzorky mají 20 µm a méně.

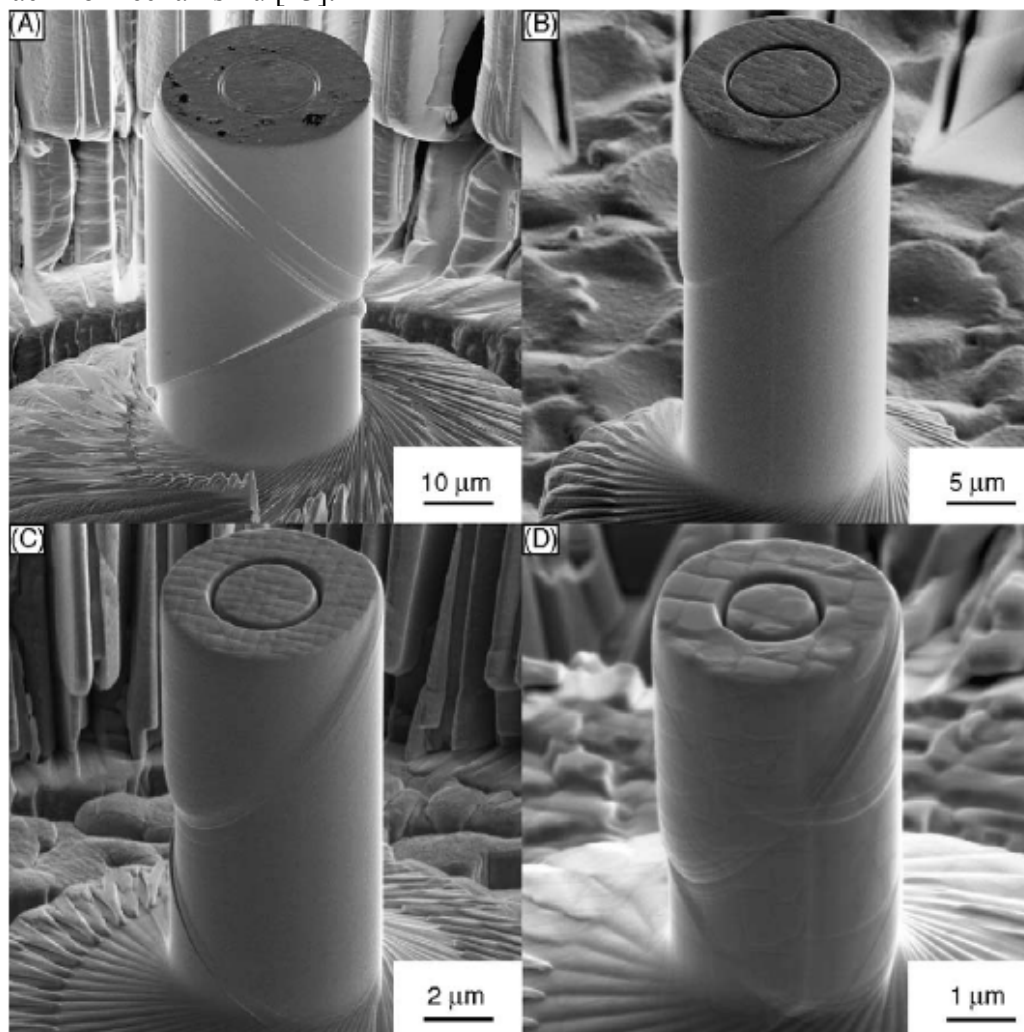


obr. 23 Plochý hrot [23]

2.3.4 Výsledky

Tato metoda byla použita na monokrystalu niklové superslitiny, která měla orientaci blízko $\langle 100 \rangle$ a používá se lopatky turbín. V objemovém materiálu byly vytvořeny vzorky o průměrech 2, 5, 10 a 20 μm . Z křivek napětí-deformace pro jednotlivé průměry se dá usoudit, že efekt zmenšení průměru se projevuje pro vzorky o průměru 5 μm a menší; tzn. mechanické vlastnosti takto malých vzorků se odlišují od vlastností makrovzorků. Meze pevnosti průměrů 20 a 10 μm jsou podobné jako pro objemový materiál a pohybuje se kolem 1 GPa. Tyto vzorky se deformují vícenásobným skluzem, jak je ukázáno na obr. 24A. Dominantní skluzový systém je v horní části vzorku, a pokud deformujeme dále, uplatní se další skluzový systém ve spodní polovině vzorku. U vzorků, které mají v průměru 5 μm je sledován nárůst pevnosti až na 1200 MPa.

U vzorků o průměru 2 μm se projevuje značná změna deformačního chování ve srovnání s většími průměry. Pozoruhodné je objevení velkého deformačního zpevnění po začátku plastického toku. Pozorováním vzorku v SEM (obráz. 24D) se zjistily odlišnosti. Deformace se uskutečňuje ve více skluzových systémech podél celé délky krystalu, což u větších vzorků není pozorováno. Tyto změny nejsou vysvětlené a je potřeba dalšího prozkoumání pomocí TEMu pro pozorování dislokační substruktury a změn mikrostruktury, pro vysvětlení deformačního mechanismu [23].



obráz. 24 Pozorování vzorečků po deformaci [23]

3. Experimentální část

3.1 Přístroj Quanta 3D FEG Dual Beamtm

Vzorky byly připravovány na přístroji firmy FEI Company ukázaného na obr. 25. Tento přístroj využívá kombinaci elektronového a iontového svazku. Pilířek je připravován v eucentrické poloze, tj. v pracovní vzdálenosti 10 mm a úhlu natočení stolku 52°. Tento přístroj umožňuje pracovat v několika módech, a to ve vysokém vakuu $p < 6 \times 10^{-4}$ Pa, nízkém vakuu 10 až 130 Pa a v ESEM (environmental scanning electron microscopy) módu při tlacích 10 až 4000 Pa. Dále je možno stolek preparátu ohřívat až na teplotu 1500 °C a pracovat při různých úrovních vlhkosti (i při 100 % relativní vlhkosti). Tento přístroj je vybaven přídatným zařízením pro doručení různých pracovních plynů pro zvýšení účinnosti leptání (I, XeF₂) nebo pro deponování různých materiálů (W, Pt, C, SiO₂, Au).



obr. 25 Quanta 3D FEG Dual Beamtm

Technická specifikace:

Urychlovací napětí: 200 V až 20 kV (elektronový tubus); 2 až 30 kV (iontový tubus)

Používané proudy: je možno měnit až do 200 nA (elektronový tubus); 1 pA až 65 nA, 15 kroků (iontový tubus).

Rozlišení garantované firmou FEI je uvedeno v tabulce 1.

Rozlišení [nm]					
urychlovací napětí [kV]	mód	Vakuum			
		vysoké		nízké	ESEM
		elektrony	iony	elektrony	
30	STEM	0,8	-	-	-
30	SE	1,2	7	1,5	1,5
30	BSE	2,5	-	2,5	-
3	SE	-	-	2,9	-
1	SE	2,9	-	-	-

Tabulka 1 . Shrnutí rozlišení přístroje v závislosti na módu a urychlovacím napětí

3.2 Zkoumaný materiál

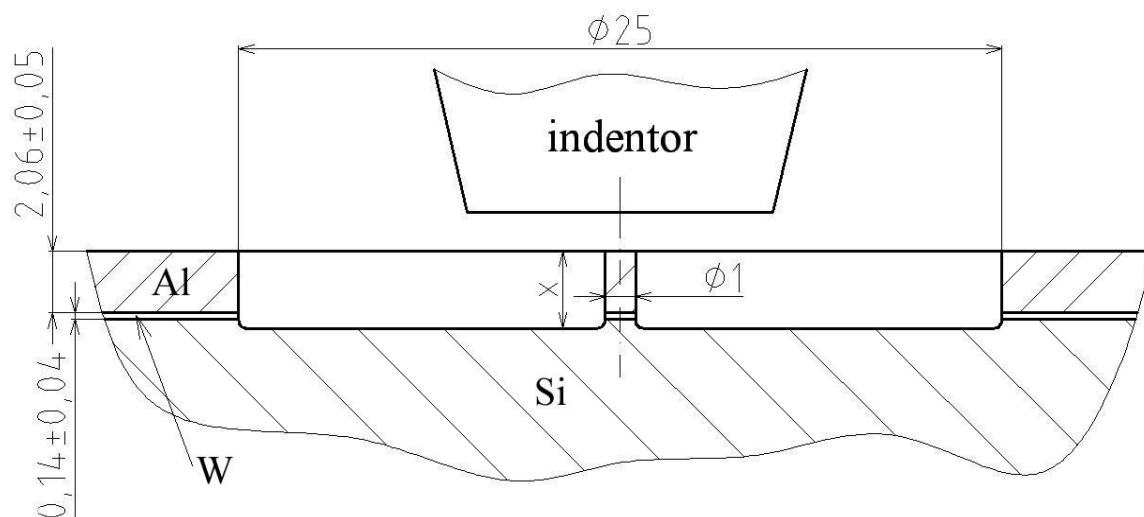
V této práci byly prováděny experimenty pouze na jednom typu materiálu, který se skládá ze dvou vrstev nanesených na substrátu, kterým je monokrystalická křemíková deska křemíku s orientací <100>. Vrstvy byly připraveny na napařovacím zařízení VARIAN 3190 ve firmě ON Semiconductor a v praxi ji používají na vytvoření vodivých kontaktů na elektronických čipech. První vrstva se skládá z wolframu a 10 hm. % titanu. Tato vrstva má tloušťku $0,140 \pm 0,04 \mu\text{m}$ a je deponována pro zlepšení koheze mezi křemíkovým substrátem a zkoušenou hliníkovou vrstvou. Druhou je hliník s příměsí 1,5 % mědi. Tato vrstva má tloušťku $2,06 \pm 0,05 \mu\text{m}$ a jsou na ní zkoušeny mechanické vlastnosti. Průměrná velikost zrn ve směru povrchu je v porovnání s tloušťkou vrstvy relativně velká, dosahuje $3,8 \pm 0,3 \mu\text{m}$, tzn. že je asi dvakrát větší než tloušťka vrstvy.

3.3 Příprava vrstvy pro umístění do Dual-Beamu

Vrstva je dodávána na křemíkovém substrátu diskového tvaru o průměru cca 10 cm. Tuto vrstvu musíme nejprve připravit pro snadnou manipulaci, čili musíme vzorek pomocí diamantového nože naříznout a následně dolomit na velikost cca 10x10 mm. Tato ulomená část je přilepena sekundovým lepidlem na plochý hliníkový váleček bez stopky. Tento segment je přilepen pomocí stříbrné vodivé pasty na uchycování podložku se stopkou, který je následně připevněn ke stolku mikroskopu.

3.4 Požadovaný tvar mikrokompresního vzorku

Geometrie vzorku (obr. 26) po poslední fázi přípravy by se měla co možná nejvíce blížit přesnému rotačnímu válci. Výška odprášeného materiálu x by měla sahát až pod mezivrstvu wolframu, kvůli homogennímu rozložení napětí při deformaci. Průměr vzorku by se měl pohybovat kolem $1 \mu\text{m}$. Jelikož odstraňujeme materiál z plné vrstvy, je třeba odprašovat mezikruží. Vnější průměr tohoto mezikruží by měl být alespoň $25 \mu\text{m}$, kvůli tomu aby plochý hrot indontoru (průměr cca $10 \mu\text{m}$) nezavadil o okraj vrstvy při zkoušení. Průměr indontoru také musí být dostatečně velký, aby byl zajištěn úplný kontakt mezi indontorem a pilířkem.



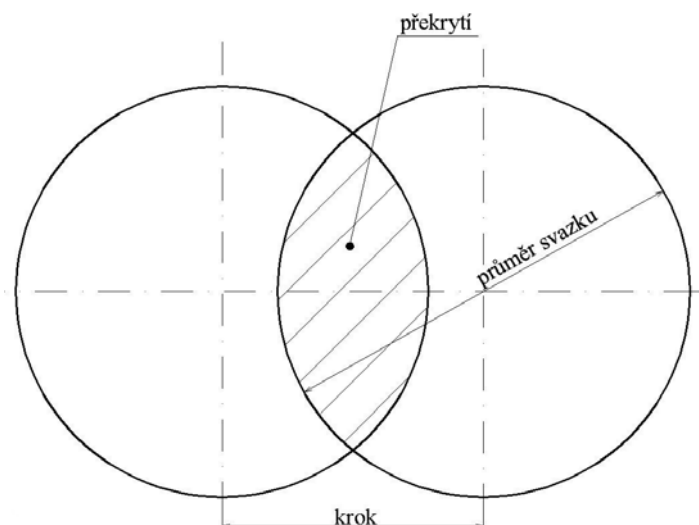
obr. 26 Požadovaný tvar pilířku (rozměry v μm , vzájemná relativní velikost indenteru, odprašované oblasti a pilířku je v měřítku)

3.5 Parametry vstupující do odprašování

Jedním z hlavních parametrů je velikost proudu iontů, který udává průměr svazku na povrchu vzorku. Tyto proudy se mohou řádově lišit, a to od 10 pA po 20 nA. Velikost použitého proudu závisí na operaci, kterou právě provádíme. Velké proudy se používají na rychlé odstranění většího množství materiálu, nižší proudy naopak na precizní dokončení vzorků. Velikost proudu také udává rozsah poškození ionty, proto je při velkých proudech nutné používat co možná nejmenší počet zobrazovacích přeběhů.

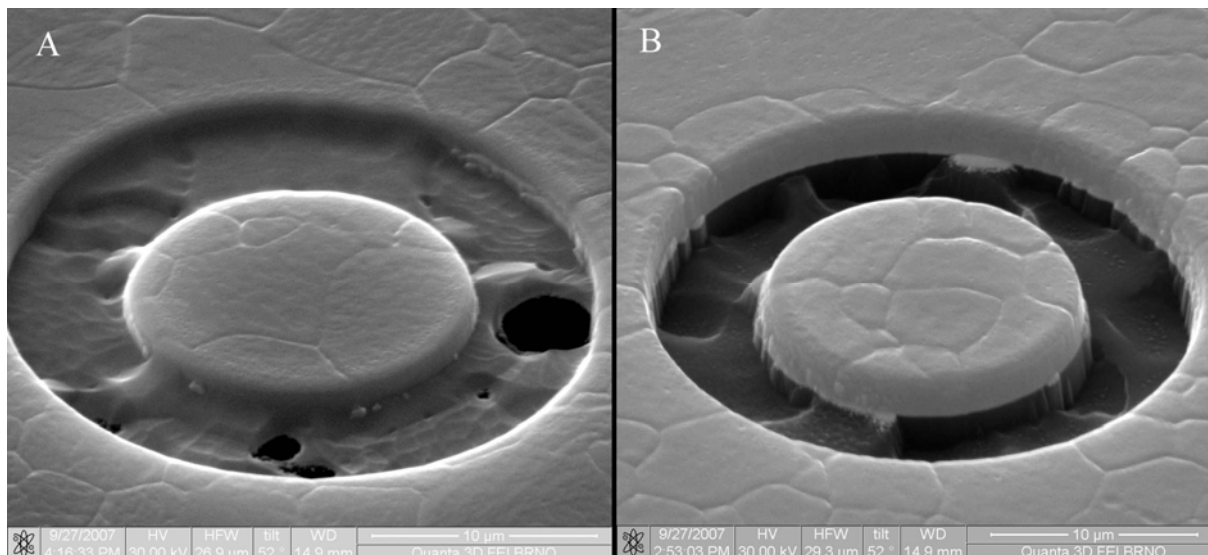
Dalším parametrem je rastrovací rychlost, vyjadřující dobu setrvání svazku na jednom místě (dále jen DT z angl. Dwell Time). Tato hodnota se může řádově měnit a to od 100 ns po 20 ms. Použitá velikost DT je opět závislá na tom zda chceme rychle odstranit větší množství materiálu nebo precizně dokončit tvar. V prvním případě použijeme krátký DT při dokončování a tam kde nám záleží na kolmosti hran použijeme co možná nejdelší možnou DT.

Pokud je potřeba použít velký DT, ale ta by znamenala velkou hloubku x odprašování, pak touto hloubku můžeme ovlivnit velikostí překrytí svazku. Tato hodnota se udává v procentech (výchozí hodnota je nastavena na 50 %) a je svázána s velikostí proudu tj. průměrem svazku.



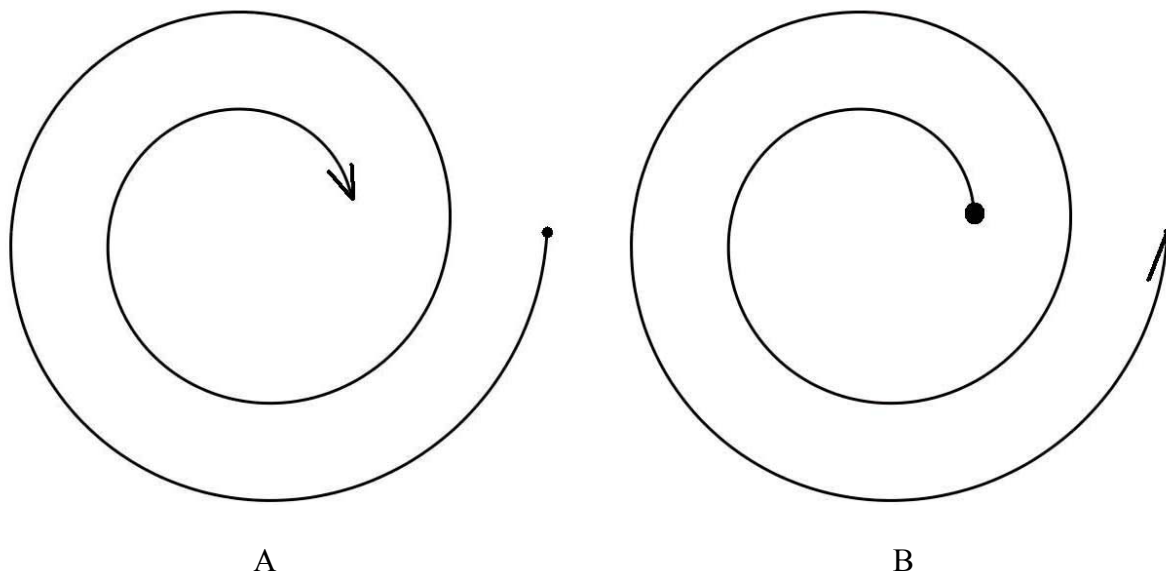
obr. 27 Schematické znázornění kroku a velikosti překrytí iontového svazku

Rozostřením svazku můžeme dosáhnout většího průměru iontového svazku dopadajícího na povrch vzorku. Použijeme jej při prvních fázích přípravy, protože poněkud sníží reliéf dna křemíkového substrátu jak je vidět na obr. 28. V dokončovacích krocích je naopak nutné mít co nejlépe zaostřený svazek iontů.



obr. 28 Ukázka vlivu rozostření svazku; A-rozostření 2 μ m; B-zaostřený svazek

Dalšími parametry, které ovlivní výslednou geometrii vzorku jsou počet přeběhů, což souvisí s DT, způsob rastrování iontového svazku (obr. 29) a vytvoření hrany, která rapidně zrychlí odprašování na krajích v důsledku jiného úhlu dopadu iontů.



obr. 29 A-smysl skenování mezikruží zvnějšku dovnitř; B- zevnitř ven

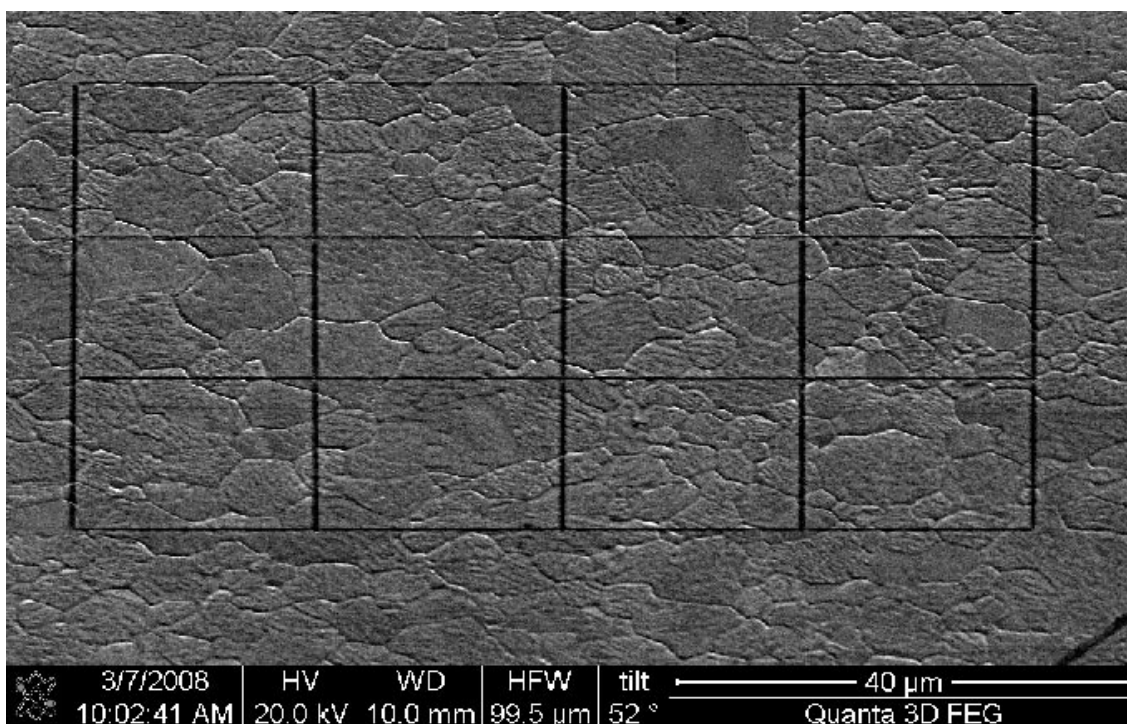
3.6 Způsob vybrání zrna

Jelikož následné testování je prováděno pouze na jednom zrně, tj. na monokrystalu, je důležité znát jeho krystalografickou orientaci. Protože samotná příprava vzorku a určování orientace analýzou EBSD (electron backscatter diffraction) je prováděna na dvou různých přístrojích, je nutné označit místo (zrno), na kterém budou zkoumány mechanické vlastnosti.

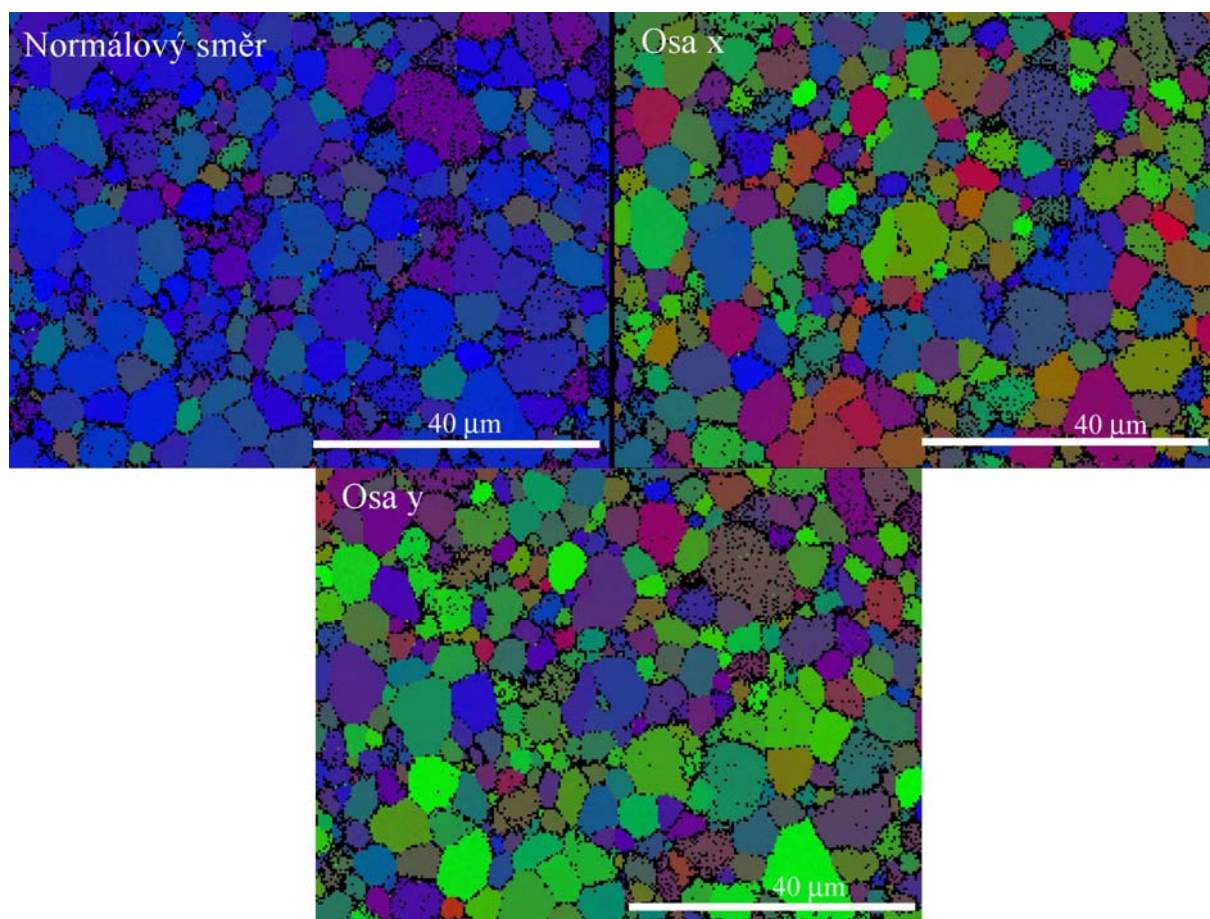
Byly provedeny dva způsoby výběru zrna. Při prvním byla nejprve vyrobena mělká kruhová značka pomocí FIB s vnějším průměrem 25 μm a vnitřním 20 μm . Na vzorku je pak vytvořeno několik takových značek, a pomocí EBSD byla určena orientace zrna, které je uprostřed tohoto mezikruží. Nevýhodou takového postupu je, že analyzované zrno je vybráno náhodně a není zde možnost výběru vhodně orientovaného zrna. Ukázalo se, že vrstva Al je silně texturovaná a pokud chceme sledovat závislost mechanických vlastností vrstvy na krystalografické orientaci osy zatěžování, není náhodný výběr testovaného zrna vhodný.

Druhá možnost výběru zrna, je označení plochy mřížkou o rozměrech 80x60 μm (obr. 30). Proveďte se mapa orientací zrn celé této oblasti a ze zrna s vhodnou orientací je následně zhotoveno zkušební těleso. Výhodou tohoto postupu je, že je možno vybrat z mnoha zrn libovolnou orientaci, která se na této ploše nachází.

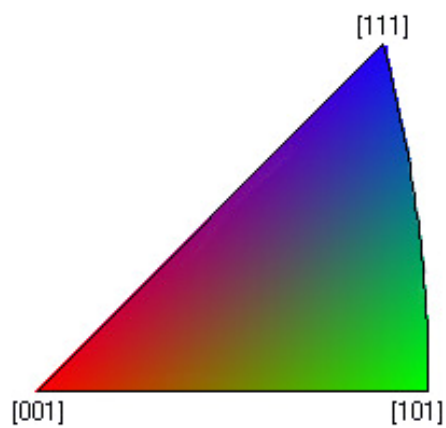
Analýzou bylo zjištěno, že v normálovém směru k povrchu vrstva vykazuje silnou texturu. Většina zrn má v tomto směru orientaci blízkou směru [111]. V zbylých dvou příčných směrech jsou zrna orientována náhodně (obr. 31, 32).



obr. 30 Mřížka zhotovená FIBem vymezující oblast analýzy EBSD



obr. 31 Výsledek EBSD analýzy povrchu zkoumaného vzorku



obr. 32 Klíč k určení orientace zrn na obr. 31 podle barvy

4.1 Příprava mikrokompresního vzorku

A

5/23/2007 HV det mode HFW tilt WD 5 μ m
3:19:58 PM 20.00 kV ETD SE 28.8 μ m 52° 14.0 mm Q3D FEI Brno

B

8/9/2007 HV HFW WD 10 μ m
1:52:26 PM 20.00 kV 29.8 μ m 15.0 mm Quanta 3D

C

HV WD HFW tilt 5 μ m
20.00 kV 10.0 mm 15.1 μ m 45° Quanta FEG

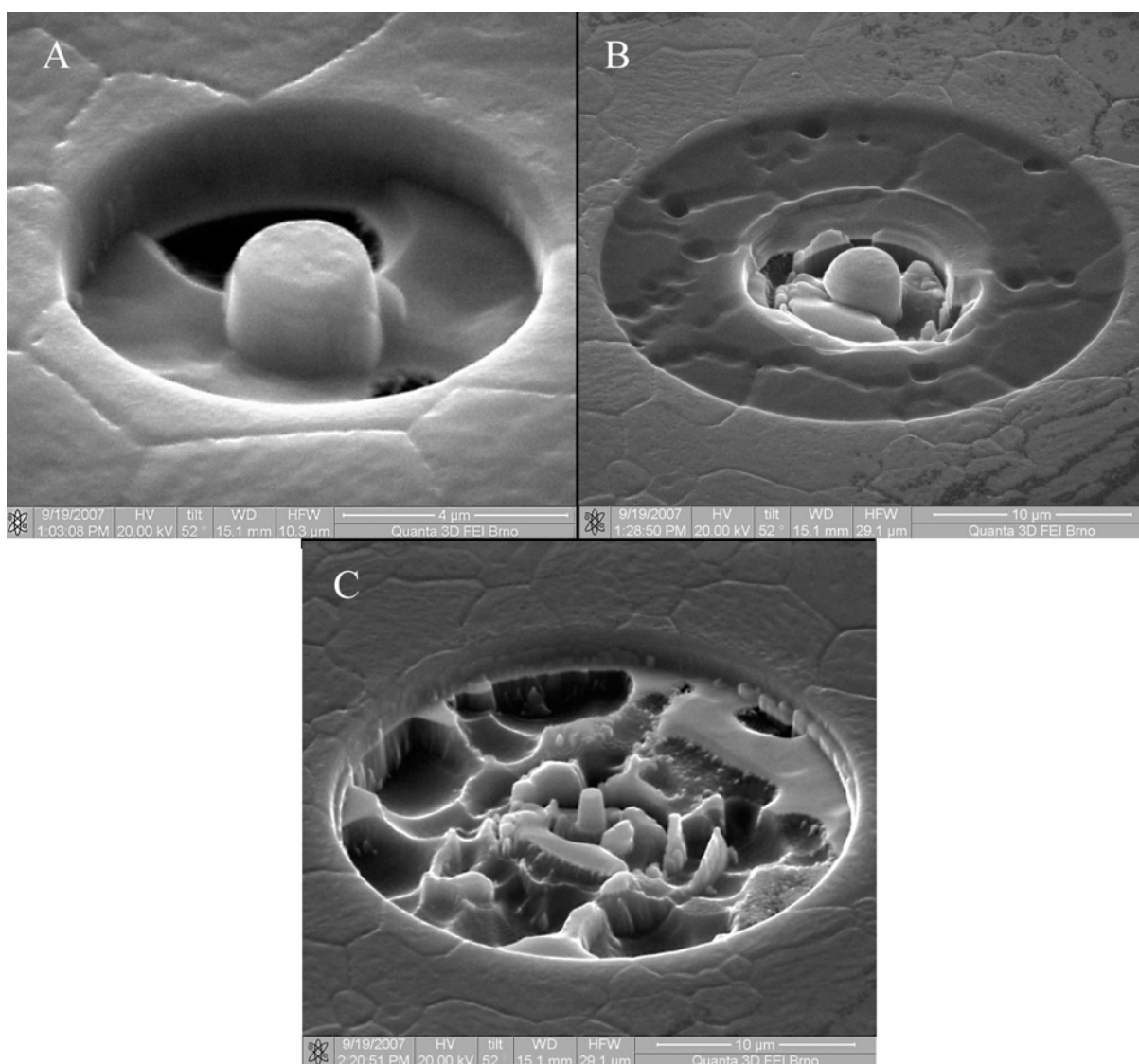
D

HV WD HFW tilt 5 μ m
20.00 kV 10.0 mm 15.1 μ m 45° Quanta FEG

34

Pro mechanické zkoušky je zapotřebí, aby přechod ze zkoušené vrstvy na substrát byl takový, jak ukazuje obr. 26. Proto byla v další části experimentů zaměřena pozornost právě na geometrii pilířku a rovinnost dna jeho okolí.

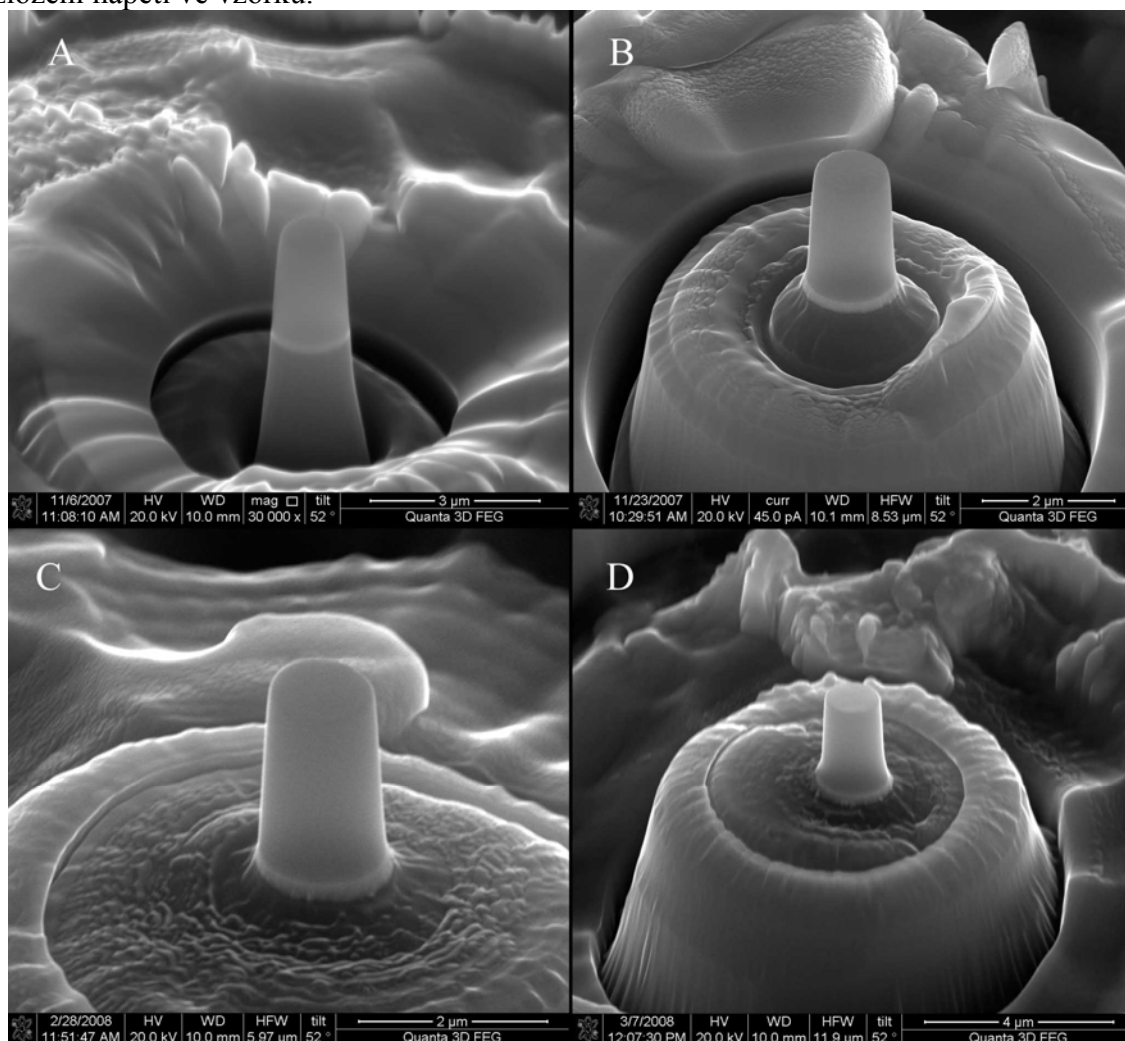
Byl proveden pokus obráceného postupu, tzn. nejprve odstranění materiálu malým proudem mezi průměry 4 a 1,2 μm s malým přídavkem na začištění. Předpokládalo se, že odprašování bude probíhat homogenně, díky nepřítomnosti jakékoliv hrany, a v rámci jednoho zrna. Bylo sice pozorováno relativně rovnější dno obr. 34A, ovšem odstraňovaný materiál se v dalších krocích deponoval zpátky na pilířek (obr. 34B) a musel být znovu odstraněn. Navíc se deponovaný materiál odstraňuje pomaleji než základní materiál, což vede k dalším nerovnoměrnostem při závěrečném odprašování. Materiál musel být odstraněn také na několik kroků, takže výsledkem je podobná geometrie pilířku a jeho okolí jako při předchozím způsobu (obr. 34C).



obr. 34 Zkouška obráceného postupu; A-první krok homogenní odprašování v rámci jednoho zrna; B-redepozice materiálu na pilířek; C-dokončený pilířku

Zatím popsané postupy neumožňují řídit hloubku x odprašování. V poslední fázi přípravy bylo nejdříve zkoušeno kratší DT a materiál mezi průměry 5 μm na 1 μm byl odstraněn na několik kroků. Okolí vzorku má velký reliéf jak je vidět na obr. 34C.

Proto je nutné provádět poslední operaci na jeden krok a na jeden přeběh iontového svazku. Při této finální operaci je také důležitý smysl rastrování svazku a musí být nastaven na hodnotu zvenku dovnitř (obr. 29). Samotné prodloužení DT by však nestačilo. Po nastavení dlouhého DT nastává problém s tím, že odprášená zóna je příliš hluboká (obr. 35A). Na tomto obrázku je vidět, že svazek nebyl dokonale zaostřen. Se zvyšující se hloubkou x roste kuželovitost pilířku. Je nutné ovlivnit tuto hloubku dalším parametrem, jehož změna nezhorší geometrii pilířku, což je překrytí svazku. Snížením hodnoty překrytí lze snížit hloubku x a v kombinaci s DT lze řídit hloubku x a geometrii vzorku. Jako optimální se pro tuto závěrečnou operaci ukázal být proud 100 pA, což bude popsáno níže. S tímto proudem byly hledány parametry, které nám zajistí válcovitý vzorek a požadovaný přechod. Na obr. 35B je pilířek, který byl také v poslední fázi přípravy obráběn na několik kroků. Při těchto krocích byly měněny parametry DT a překrytí svazku, proto je okolí pilířku nehomogenní. Obecně by mělo platit, že snižováním proudu nám bude klesat kuželovitost. Ukázalo se, že další snižování proudu nevede k očekávanému zlepšení, naopak je obtížnější přesně určit hloubku odprášení. Na obr. 35C a D jsou ukázány výsledky, pokud budeme dále snižovat hodnotu proudu pod 100 pA. Pilířek zobrazený na obr. 35C byl dokončován proudem 50 pA a pilířek na obr. 35D proudem 30 pA. Oba dva pilířky mají přechodový rádius již ve zkoumané vrstvě, což by při následné mikrokompresní zkoušce způsobilo nehomogenní rozložení napětí ve vzorku.

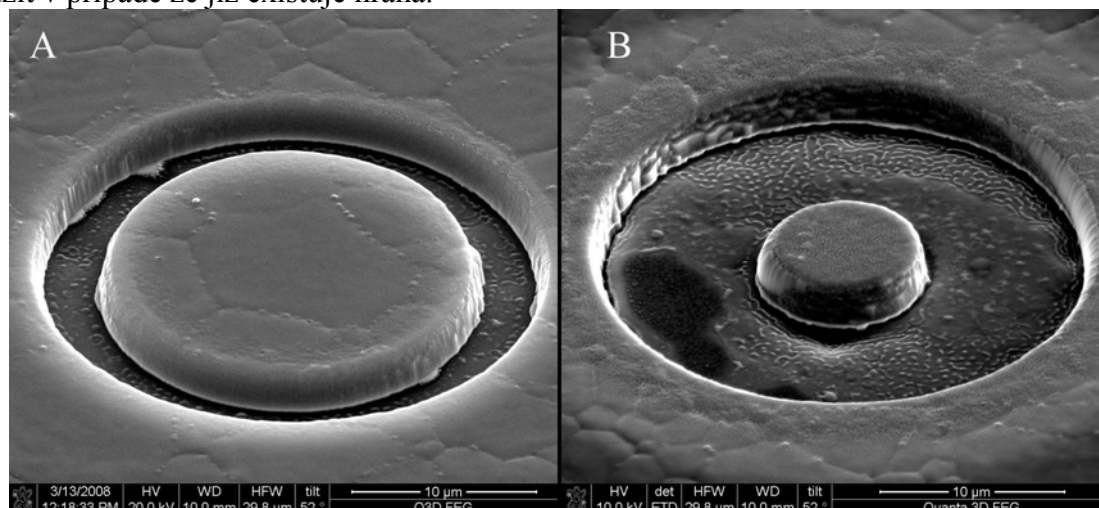


obr. 35 Pilířky dokončené různými způsoby; A-při velmi dlouhém DT; B-ve více krocích již s kombinováním DT a překrývání svazku; C-pilířek dokončený proudem 50 pA; D-pilířek dokončený proudem 30 pA

4.2 Využití pracovního plynu

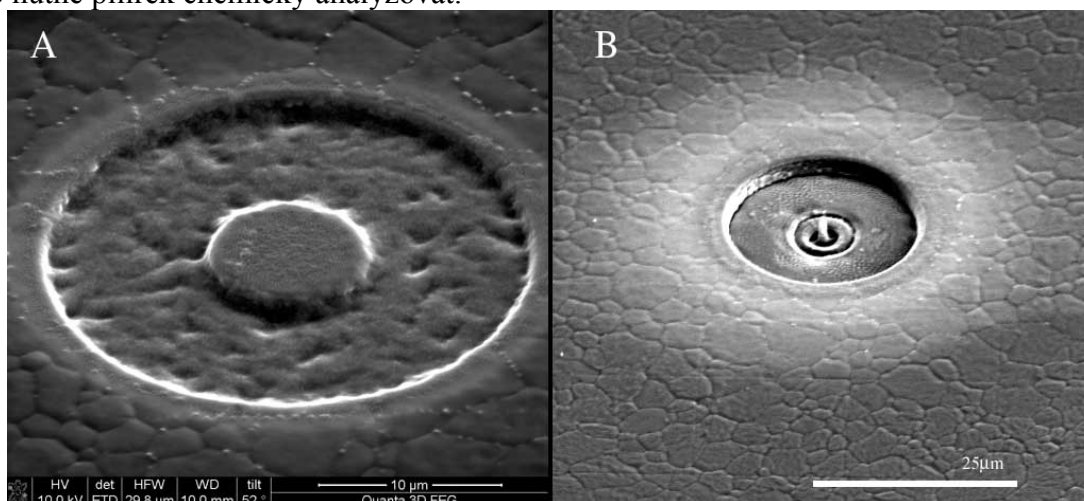
Přístroj umožňuje využití pracovních plynů. Byly provedeny pokusy s plynem obsahujícím $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, který se používá pro zrychlení odleptávání materiálů na bázi uhlíku. Tento plyn byl aplikován v prvních krocích z důvodu dosažení homogenity dna. Plyn je přiváděn kapilárou co nejblíže k místu, kde iontový svazek dopadá na povrch vzorku.

Použití tohoto způsobu opravdu zajistí rovnější dno v první fázi, při absenci nějaké již vytvořené hrany. Pokud hrana existuje, pak účinek plynu není dostatečný, aby eliminoval tento vliv. Použití plynu vlastně eliminuje vliv orientace zrna na účinnost odprašování. Jak je vidět na obr. 36A a B pokud odprašujeme z plného materiálu, je tento proces zpomalen a dno je v obou případech téměř rovinné. Jak již bylo zmíněno, tento způsob není možno efektivně použít v případě že již existuje hrana.



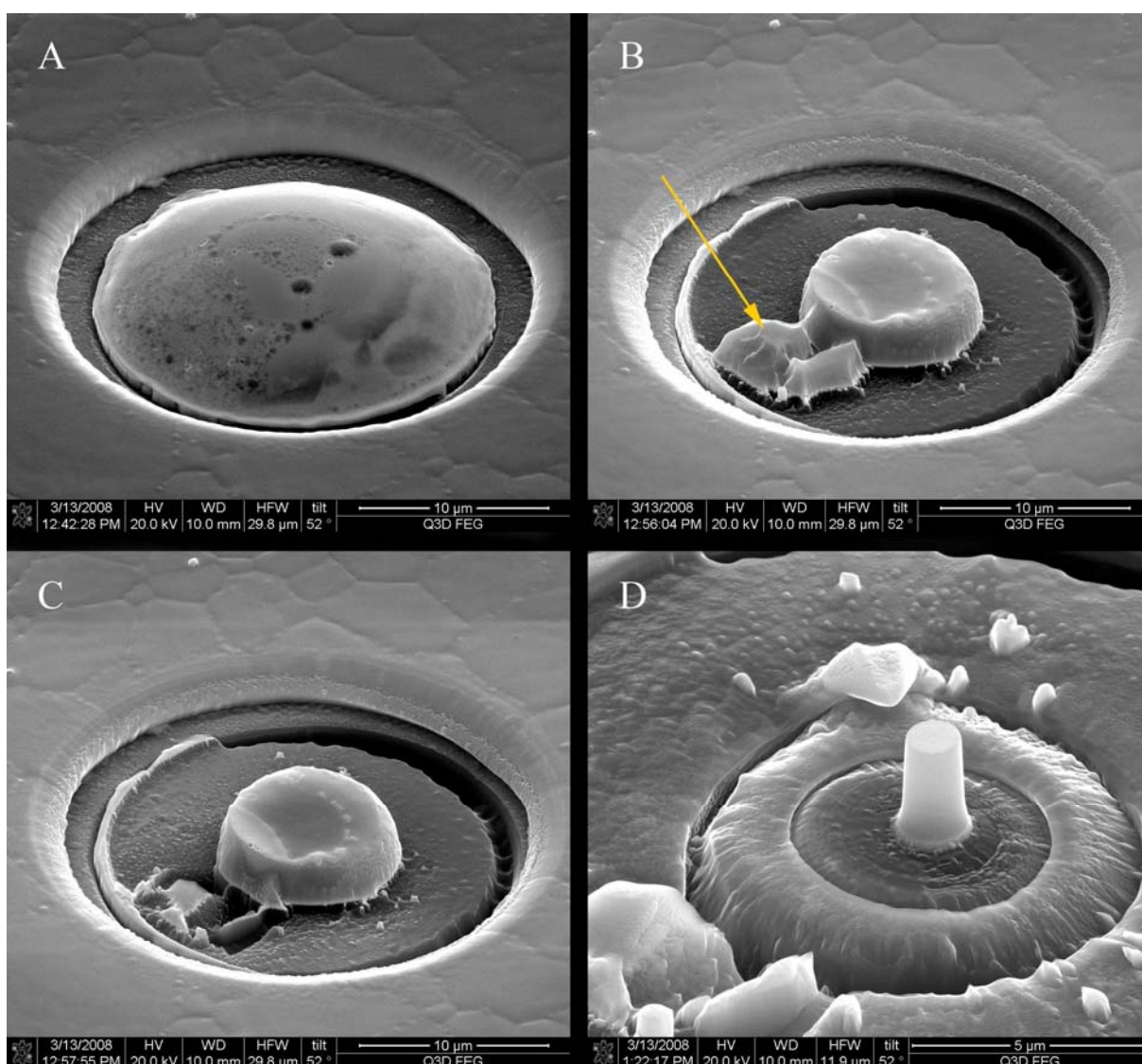
obr. 36 Využití plynu pro vyhlazení dna

Již při odstraňování materiálu dochází k depozici produktů chemické reakce na povrch vzorku, jak je vidět na obr. 37A. Rychlost depozice je nižší než rychlost leptání. Deponovaná vrstva nebyla chemicky analyzována. Při tomto způsobu je další problém s depozicí i v místech, kam přímo nedopadá iontový svazek. Jak je vidět na obr. 37B kontaminovaná oblast je relativně velká. Navíc je kontaminován i pilířek, což by mohlo ovlivnit jeho deformační chování. Tloušťka této vrstvy na pilířku se sníží kontrolními přeběhy při doostřování svazku při finálních krocích. Pro rozhodnutí, zda byla vrstva úplně odstraněna, bylo nutné pilířek chemicky analyzovat.



obr. 37 Ukázka kontaminace plynem; A-při odstraňování v prvním kroku; B-přehledový snímek dokončeného pilířku

Na obr. 38 je znázorněn postup přípravy pilířku za použití pracovního plynu. Jak je vidět na obr. 38A, depozice probíhá i ve středu mezikruží, kde chceme vytvořit vzorek. Při tomto kroku jsme se dostali do fáze, kdy rychlost depozice byla téměř stejná jako rychlost odprašování a další použití plynu by nevedlo k cíli. Proto byl přívod plynu zastaven a materiál byl odstraněn pouze iontovým svazkem. Na obrázku obr. 38B je označeno šipkou místo, kde materiál nebyl odstraněn a tato část dna musela být dodatečně vyhlazena (obr. 38C). Důvody proč část materiálu označeného šipkou odolala prvnímu bombardování mohou být dva. Je možné, že nebyla správně vysunuta jehla pro přívod plynu což ovlivnilo homogenitu odprašování, anebo se v tomto místě deponoval hůře odstranitelný materiál. Pilířek (obr. 38D) byl nakonec dokončen proudem 50pA (opět nedošlo k dostatečné hloubce odprašení). Tvar pilířku je vyhovující, ovšem bez další analýzy není jisté zda povrch není nějak chemicky modifikován.

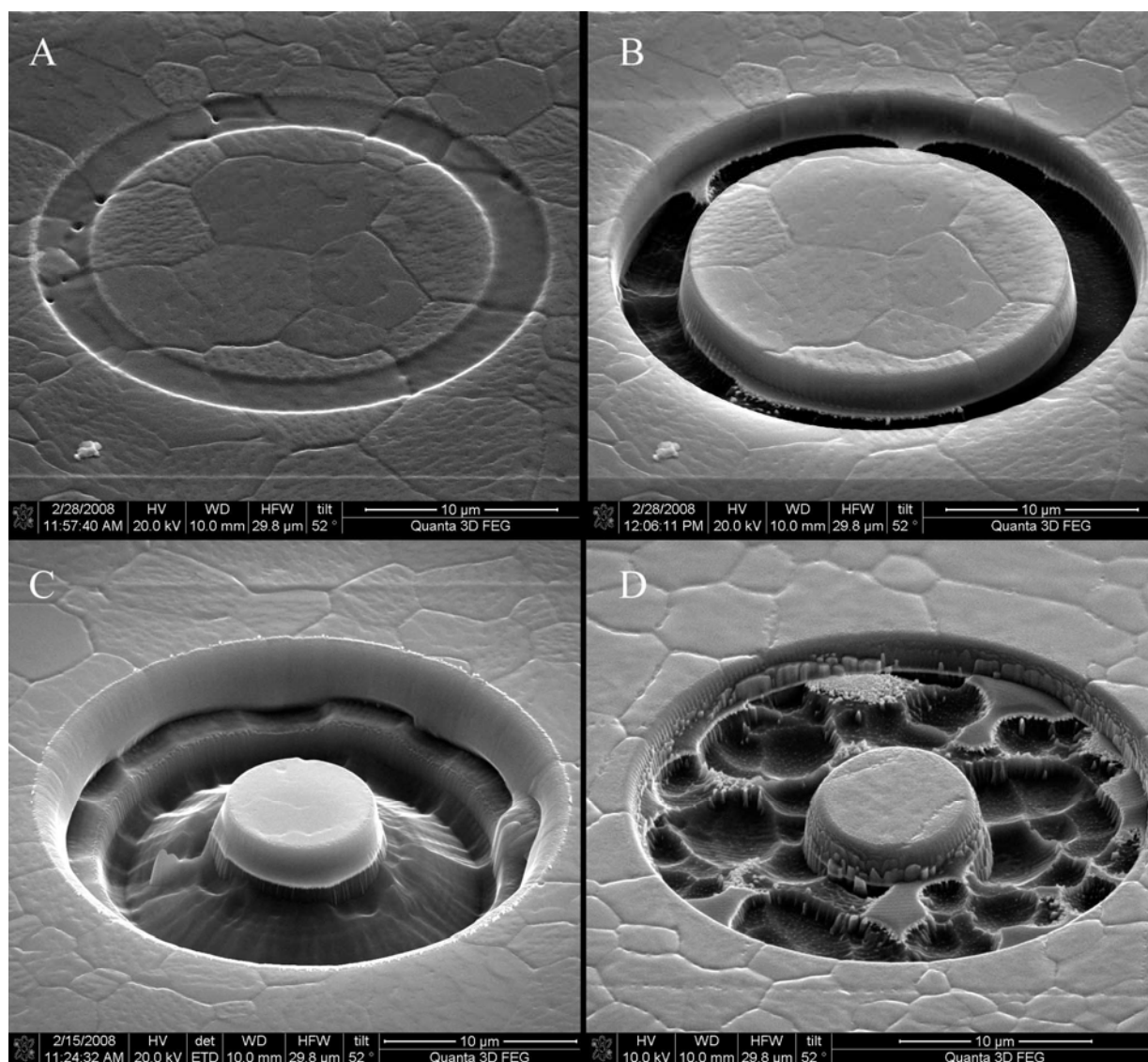


obr. 38 Průběh dokončení pilířku při použití plynu; A-značné množství deponovaného materiálu; B-Stav pilířku po zastavení přívodu plynu a dočištění pouze ionty; C-odstranění zbylého materiálu; D-hotový pilířek

4.3 Optimalizovaná příprava mikrokompresního vzorku

4.3.1 První fáze přípravy mikrokompresního vzorku

První fáze přípravy vzorku závisí na tom, zda byl výběr zrna proveden mezikružím nebo mřížkou. V prvním případě je nutné dokončit právě tento zářez mezi průměry 25 a 20 μm , čímž zvýšíme nehomogenitu odprašování ve druhém kroku mezi průměry 20 a 9 μm . Pokud používáme druhého postupu je vhodné tyto dva kroky spojit do jednoho a odstranit najednou materiál mezi průměry 25 a 9 μm . V obou případech používáme velký proud (5 nA) a krátký DT (1 μs). Při prvním odstraňování materiálu jak malého zářezu tak velké plochy nedochází ke změně intenzity odprašování z důvodu přítomnosti hrany. Dno však není dokonale rovné z důvodu, že odstraňujeme různě orientovaná zrna a při krátkém DT, což má vliv na efektivitu odprašování. V této fázi přípravy je použito rozostření svazku 2 μm .

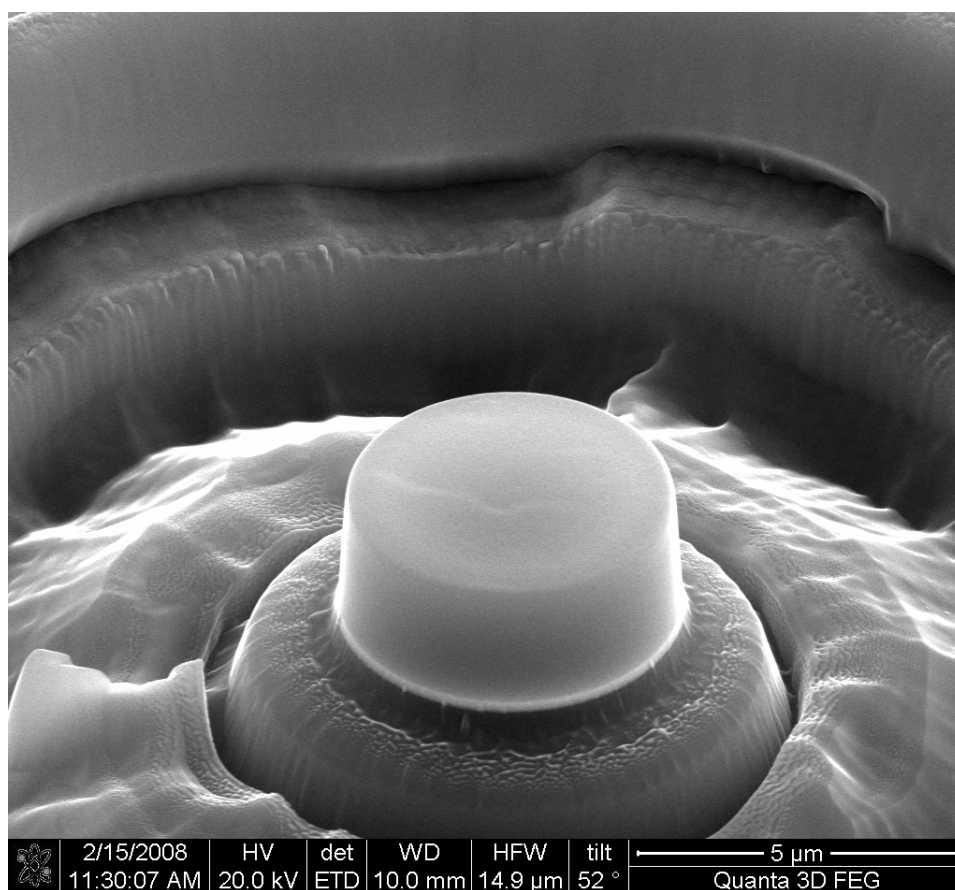


obr. 39 Dokončení první operace mezi průměry 25 μm a 9 μm ; A, B, C kroky při výběru zrna pomocí zářezu; D-operace provedena na jeden krok, dno nemá takový reliéf, je vidět vliv orientace zrna na efektivitu odprašování

Na obr. 39 je vidět rozdíl mezi těmito dvěma způsoby přípravy. Na obr. 39A a B je ukázáno dokončení zářezu pro označení zrna. Na obr. 39C je provedeno odprašování až na průměr cca 9 μm . Na tomto obrázku je zřetelně vidět vliv vzniklé hrany po dokončení zářezu. Smysl rastrování svazku je v tomto případě nastaven na hodnotu zvenku dovnitř. Svazek tedy vždy začíná přímo na hraně materiálu, který má být v tomto kroku odstraněn, proto největší hloubka odprašovaného materiálu je právě na průměru cca 20 μm , kde skončil první krok. Na obr. 39B a na obr. 39D je vidět znatelné zmenšení reliéfu dna, pokud výše popsanou operaci provedeme na jeden krok. Dále je na obr. 39D vidět, jak silně závisí účinnost odprašování na krystalografické orientaci zrna.

4.3.2 Druhá fáze přípravy mikrokompresního vzorku

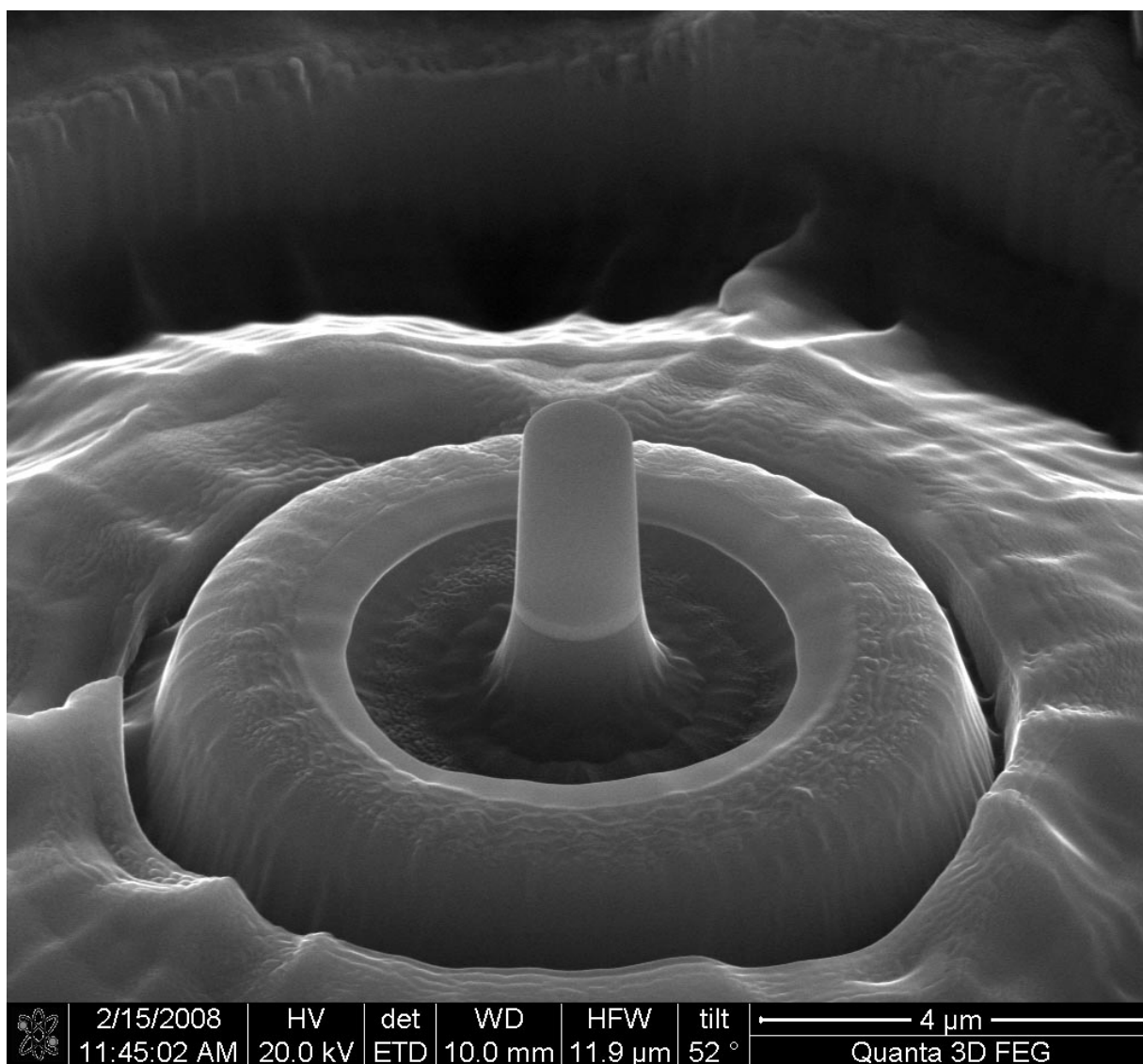
V této fázi je již důležitý výsledný povrch zbylého křemíkového substrátu a provádí se stejně pro oba způsoby předpřípravy pilířku. Dochází k odprašení z průměru 9 μm na 5 μm . Protože je u tohoto kroku již potřeba řídit hloubku x , je tato fáze prováděna delším DT (1,1 ms) a nižším proudem (1 nA) na jeden přeběh. Tímto způsobem lze dosáhnout rovného dna a dobré výchozí pozice pro poslední krok (obr. 40).



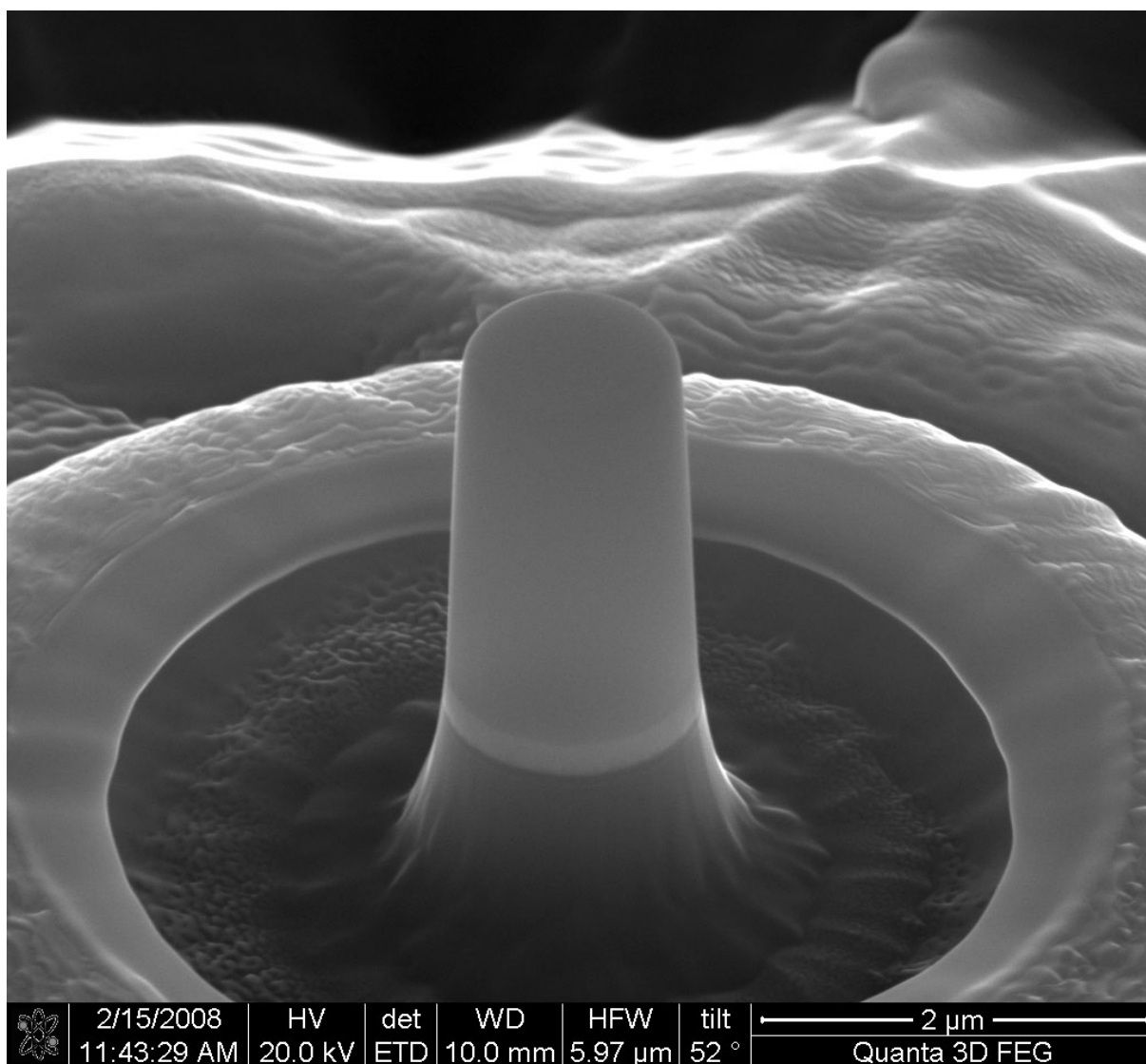
obr. 40 Pilířek po dokončení druhé operace z průměru 9 μm na 5 μm

4.3.3 Závěrečný krok přípravy

V tomto posledním kroku je podmínkami odprašování dán konečný tvar zkušební vzorku, a to zejména jeho kuželovitost, přechodový rádius a reliéf povrchu. Celá tato operace se provádí na jeden přeběh svazku s dlouhým DT a malým proudem. Počáteční průměr bývá 5 μm a konečný 1,1 μm . Kuželovitost je dána velikostí proudu a DT. Minimalizace kuželovitosti je také podmíněna precizním zaostřením svazku. Oproti předchozím krokům, dochází k odprašování při ještě nižším proudu. Při snižování proudu pod 100 pA již nedochází ke znatelné změně v kuželovitosti vzorku, i přes další možné zvýšení DT. Naopak začíná být obtížnější přesné nastavení parametrů k dosažení optimální hloubky a přechodového poloměru. Přesto je snaha pracovat s co možná nejdelší možnou DT. Tím nám ovšem roste hodnota x a je třeba snížit velikost překrytí svazku. Vhodnou kombinací těchto dvou parametrů (DT a překrytí svazku) lze dosáhnout výsledku jako je na obr. 41. Na obr. 42 je detail tohoto pilířku.



obr. 41 Finální tvar pilířku



obr. 42 Detail pilířku, který byl vytvořen optimalizovaným postupem

Optimalizovaný postup je shrnut v tabulce 2, která může sloužit jako vstup pro automatizaci celého procesu přípravy mikrokompresního vzorku.

krok	proud	vnitřní průměr	DT	překrytí	rozostření	smysl skenování	počet přeběhů
[-]	[nA]	[μm]	[ms]	[%]	[mm]	[-]	[-]
1	5	9	0,001	80	2	libovolný	
2	1	5	1,1	30	0	zvnějšku dovnitř	1
3	0,1	1,1	3,5	27,5	0	zvnějšku dovnitř	1

Tabulka 2: Shrnutí optimálních parametrů přípravy

5. Diskuse výsledků

5.1 Parametry vstupující do přípravy

Během experimentů v rámci této diplomové práce bylo připraveno celkem 39 pilířků. Systematické zkoumání parametrů iontového odprašování přineslo následující poznatky.

Optimální příprava pilířku se dá obecně rozdělit na dvě části. První část je rychlé odstranění velkého množství materiálu (mezi průměry 25 a 9 μm), kdy nás prakticky nezajímá rovinnost dna na kolmost předpřipraveného válečku. V druhé části je již nutné proces řídit, ovlivňovat parametry tak, aby bylo dosaženo v nejlepším případě ideálního pilířku. Druhá část se skládá ze dvou kroků a to nejprve odstranění materiálu mezi průměry 9 a 5 μm a následně poslední operace, kdy se průměr pilířku sníží z 5 na 1,1 μm .

Mezi parametry, které byly měněny při přípravě pilířků patří velikost elektrického proudu způsobeného tokem iontů, DT, rozostření, překrytí a smysl rastrování svazku. V tomto odstavci bude diskutován vliv jednotlivých parametrů ve všech fázích přípravy na výsledný tvar pilířku a jeho okolí.

Velikost proudu udává velikost stopy iontového svazku. Tato hodnota byla měněna v rozsahu od 5 nA až po 30 pA. Velký proud (5 nA) byl používán v první části přípravy, kdy je nutné odstranit větší množství materiálu a nevadí větší poškození materiálů a nezávisí tolik na rovnosti dna. Se snižujícím se průměrem zbylého válce je nezbytné snižovat i proud, který pro další operace používáme. Bylo experimentálně ověřeno, že při odstraňování materiálu, kdy nám již záleží na výsledném povrchu křemíkového substrátu (průměr cca 9 μm), je třeba tento proud snížit na hodnotu 1 nA, jelikož rovinnost reliéfu dna po odprašení je v této oblasti již důležitá. Tímto proudem je možno dosáhnout relativně kolmých stěn válce, ovšem pro finální krok je tento proud třeba ještě snížit na 100 pA. Další snižování proudu při dokončování pilířku již nemá smysl, nedochází k dalšímu snížení kuželovitosti, naopak je problém s dosažením dostatečné hloubky.

Dalším důležitým parametrem je DT. Tato hodnota byla při experimentech měněna v rozsahu 100 ns až 4,5 ms. V první části přípravy byl používán velmi krátký DT, ukázalo se, že nemá smysl používat krajní hodnotu 100 ns, ale optimální hodnota byla experimentálně stanovena na 1 μs . Při takto krátkém DT je zřejmý vliv orientace zrn na efektivitu odprašování a čím je DT kratší, tím je tento vliv patrnější. V druhé části přípravy je již nutné pracovat na jeden přeběh iontového svazku a DT se volí podle požadované hloubky odprašení x a velikosti proudu. Na druhé straně by měla hodnota DT být co možná nejvyšší pro zajištění malé kuželovitosti. Při takto dlouhých DT již efektivita odprašování prakticky nezávisí na orientaci zrna, což umožňuje závěrečné kroky provádět v rámci více zrn.

Samotné ovlivňování dvou výše zmíněných parametrů by však k požadovanému tvaru pilířku nevedlo. Např. není možné nastavit hodnotu DT příliš dlouhou, protože hloubka x by byla příliš velká. Právě snížení hodnoty překrytí svazku nám umožní zvýšit DT, a to je nezbytné ke snížení kuželovitosti pilířku. Snižování překrytí je používáno ve druhé části přípravy. Naopak v první fázi přípravy je tato hodnota zvyšována, z důvodu rozostření svazku. Rozostřením svazku bylo používáno v první části přípravy pro snížení reliéfu dna. Rozostřeným svazkem není možné dosáhnout požadované nízké kuželovitosti vzorečku, proto ve druhé části přípravy je nutno pracovat s precizně zaostřeným iontovým svazkem. Poslední ovlivňovaný parametr je smysl skenování. V první části přípravy prakticky nezávisí jak je tento parametr nastaven, ale ve druhé části musí mít hodnotu zvějšku dovnitř. Pokud svazek začíná na vnější hraně a ostatní parametry jsou nastaveny tak, že se odstraní celá vrstva, mezivrstva i část křemíkového substrátu při tomto pomalém pohybu iontového svazku, pak je efektivita odprašování po celou dobu kroku stejná.

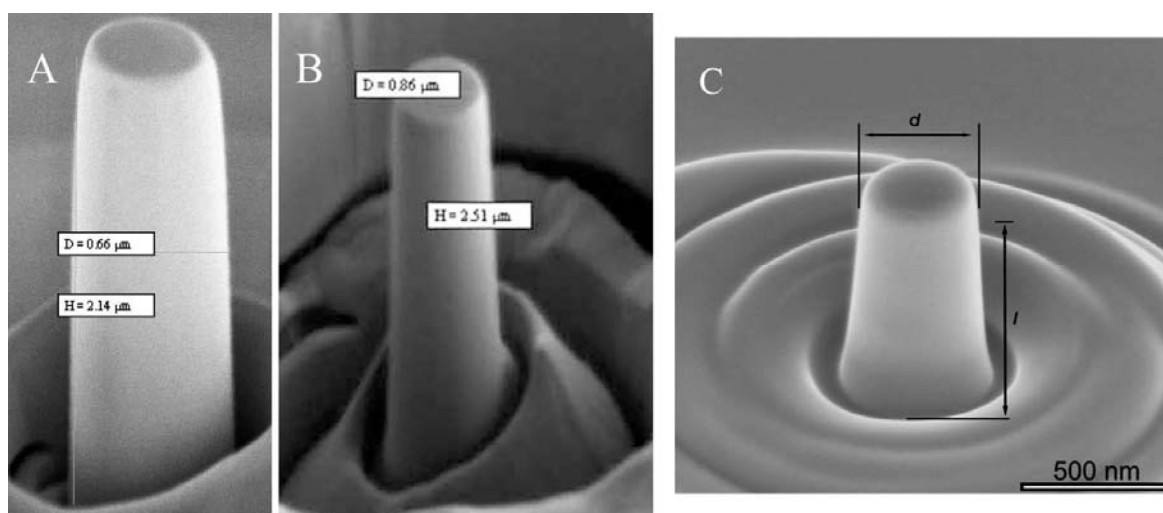
5.2 Srovnání výsledků s Dimidukem a dalšími

V nedávné době Dimiduk et al. [23] použil techniky fokusovaných iontových svazků pro přípravu pilířků, ovšem ne z tenké vrstvy, ale z objemového materiálu. Mikrokompresní vzorky byly připravovány z monokrystalu se známou krystalografickou orientací. Při bombardování byl svazek skloněný vzhledem k povrchu vzorku. Výhodou výroby pilířku popsané v kapitole 2.3.1 je, že pilířek má dokonale kolmé stěny, ale přechod vzorku do okolního materiálu je dán náklonem stolku, respektive konstrukcí přístroje (viz obr. 20). Další nevýhodou tohoto postupu je, že není získán rotační válec, ale mnohostěn. Pokud připravujeme pilířek pomocí postupu popsaného v kapitole 4.3, je obtížnější získat dokonale kolmé stěny, ovšem výsledný průřez pilířku je kruhový. Přes tyto dvě nevýhody je tvar pilířků dokumentovaný na obr. 20 zcela dostatečný pro zkoušku v kompresi. Nicméně autoři práce [23] byli schopni vyrobit vzorky s průměry maximálně 20 μm a minimálně 2 μm s tím, že menší pilířky nelze tímto způsobem připravit. Pilířky popisované v této práci mají průměr cca 1,1 μm , proto jsme nemohli aplikovat postup z práce [23] a museli jsme postupovat postupným odprašování soustředných mezikruží.

Obdobný postup přípravy jako v této práci, tedy svazek dopadající kolmo na rovinu vzorku a odstraňující mezikruží, byl použit jinými autory pro přípravu submikronových vzorků. Na obr. 43A je ukázán pilířek připravený kolektivem na Stanfordově univerzitě [24], o udávaném průměru 0,66 μm . Je zřetelné, že průměr válce není konstantní a že okolí takto připraveného vzorku není přesně definované. Na jiném snímku z téže publikace (obráz. 43B) je vidět, že ani výška vzorku není konstantní a liší se nejméně o 20 %.

Na obr. 43C je pilířek o průměru 0,42 μm použitý pro test v mikrokompresi na Max Planck Institutu ve Stuttgartu [25]. I v tomto případě vzorek trpí oběma defekty: nerovnoměrnost průměru je minimálně 25% a přechod pilířek-dno odprašené zóny není plynulý.

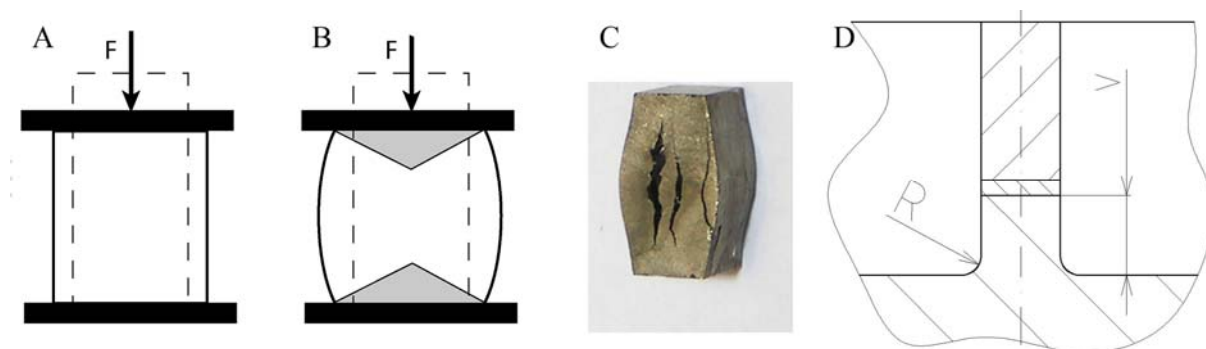
Navíc lze předpokládat, že publikované pilířky jsou nejlepšími výsledky zmíněných skupin, což ukazuje, že se potýkaly s podobnými problémy jaké jsou popsány v této práci, ale nedosáhly stejné kvality mikrokompresních vzorků.



obráz. 43 A a B-pilířek připravený Greerem [24]; C-pilířek připravený Frickem [25]

5.3 Vhodnost připravených pilířků pro zkoušky v mikrokompresi

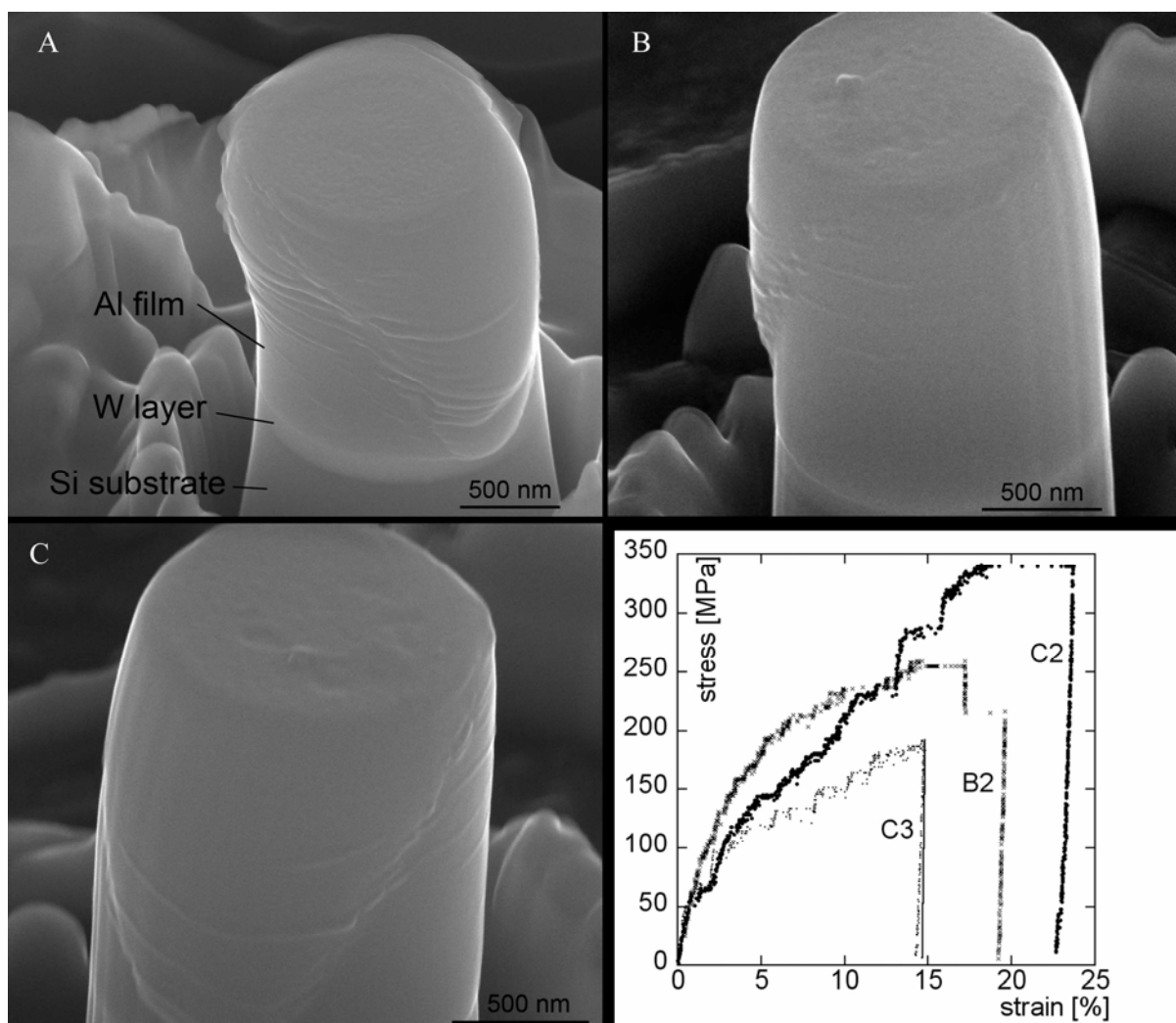
Průběh makroskopické zkoušky v kompresi je schematicky ukázán na obr 44A. Během plastické deformace by si vzorek měl zachovávat konstantní průřez. To vyžaduje aby byl umožněn prokluz mezi berany lisu a vzorkem. Při skutečném zatěžování je však často tření mezi berany lisu a zkoušeným vzorkem tak velké, že dochází k tzv. soudkování (obr 44B). To způsobuje vznik tahových napětí orientovaných kolmo na osu zatěžování, což může vést až k trhlinám, obr 44C. Při zkoušce pilířku připraveného z tenké vrstvy zastává základní substrát funkci jednoho beranu. Přechod do substrátu tedy může ovlivnit výsledek zkoušky, případně rozložení napětí při zkoušce, které nemusí být jednoosé nýbrž blízko beranu může vnikat trojosá napjatost. Na ÚFM AV ČR v Brně byl udělán model rozložení napětí pomocí MKP Gaetanem Prod-Hommem, který zde byl na půlroční stáži. Tato simulace zahrnuje tři základní geometrické parametry, které ovlivňují výsledek zkoušky a to kuželovitost pilířku, přechodový rádius R a výška zbylého křemíku v obr. 44D. Tento model přesahuje rámec této práce.



obr. 44 A, B - Schematické znázornění parametrů makroskopické zkoušky v kompresi; C – trhliny v kompresním vzorku; D - schematické znázornění parametrů vstupující do simulace MKP

5.4 Ukázka použití pilířků

Pilířky zhotovené tímto způsobem byly následně deformovány nanoindentačním přístrojem NanoTestTM NT600 na půdě Fyzikálního ústavu AV ČR, skupinou vedenou Dr. Boháčem. Komprese vzorku byla provedena plochým hrotem o průměru 10 μm , situace byla taková jako je ukázána na obr. 26. Doposud se podařilo získat tlakové křivky z pěti pilířků. Jeden deformovaný pilířek ve třech různých úhlech natočení a křivky závislosti napětí-deformace jsou předvedeny na obr. 45. Připravené pilířky se tedy ukázaly vhodné pro tuto originální metodu testování mechanických vlastností tenkých vrstev.



obr. 45 Ukázka deformovaného pilířku a křivka napětí deformace tří deformovaných pilířků

6. Závěr

Cílem této diplomové práce bylo vyvinout metodiku nanoobrábění mikrokompresních vzorků pomocí fokusovaných iontových svazků. Účelem bylo najít vhodné parametry pro získání mikrokompresních vzorků s přesně definovanou geometrií: kruhová oblast s vnějším průměrem 25 μm s odstraněnou vrstvou v jejímž středu se nachází válcový pilířek o průměru asi 1 μm . Horní část pilířku je tvořena testovanou tenkou vrstvou. Dno odstraněné oblasti by mělo být rovinné zejména v blízkosti pilířku. Pilířek by měl mít konstantní průřez v celé výšce tvořené testovanou vrstvou a měl by mít poté plynulý přechod do křemíkového substrátu.

První pilířky byly připraveny postupným odstraněním soustředných mezikruží o šířce 5 μm od okraje plánované zóny směrem ke středu; poslední odstraňovaná mezikruží měla šířku jen 1 μm . Výsledné pilířky a jejich okolí měly geometrii ukázanou na obr. 33A. Byl používán relativně dlouhý DT, proto výsledné pilířky byly lehce kuželovité. Další experimenty byly zaměřeny na vyhlazení dna v první fázi přípravy. Toho bylo dosaženo tak, že materiál mezi průměry 25 a 5 μm byl odstraněn najednou, čímž byl omezen vznik hran, které mění efektivitu odprašování. Ani po tomto vylepšení dno není zcela rovné, protože na efektivitu odprašování má vliv i orientace zrna (obr. 33B).

Další pokusy byly zaměřeny na optimalizaci geometrie vlastního vzorku, která by se co nejvíce blížila ideálnímu tvaru (obr. 26), tj. vyhlazení dna v blízkém okolí pilířku, jeho plynulý přechod do základního křemíkového substrátu a co nejmenší možná kuželovitost. První myšlenkou bylo připravit pilířek obráceným postupem (odprašování od pilířku směrem ven, kap. 4.1), čili nejprve připravit homogenní okolí pilířku v rámci jednoho zrna, a tím zamezit vlivu orientace zrn na efektivitu odprašování. Tento postup se ukázal jako nevhodný, kvůli značné redepozici materiálu na pilířek.

Při optimalizovaném postupu je pilířek dokončován dlouhým DT (nutný pro snížení kuželovitosti) na jeden přeběh iontového svazku z vnější hrany zbylého materiálu. Tím je zamezen efekt hrany, která by měnila efektivitu odprašování. Takto je možno dosáhnout rovinného dna v okolí pilířku a jeho plynulého přechodu do základního substrátu. Pokud budeme vhodně volit ještě hodnotu překrytí svazku, lze ještě více prodloužit DT při zachování optimální hloubky odstraněného materiálu. Tím dojde k dalšímu zlepšení geometrie vzorku, zejména snížení kuželovitosti. Optimalizovaný postup je shrnut v tabulce 2. Při dodržení tohoto postupu jsou výsledné tvary mikrokompresních vzorků dobře reprodukovatelné, tabulka tedy může sloužit jako vstup pro automatizaci celého procesu přípravy. Tvar vzorku získaný touto procedurou je dokumentován na obr. 41.

Na připravených vzorcích byly úspěšně provedeny první mikrokompresní zkoušky dokumentované v kap. 5.4, což dokazuje jejich použitelnost pro zamýšlené testy.

7. Literatura

- [1] T. Kruml, Habilitační práce, Université Poitiers, 2002
- [2] F.R. Brotzen: Mechanical Testing of Thin Films, Int. Mater. Rev. 39 (1994), 24.
- [3] D. Tabor: Proc. R. Soc., 1948 A192, 247-274.
- [4] G.M Pharr and W. C. Oliver: MRS Bull., July 1992, **17**, 28-33 .
- [5] W. D. Nix : Metall. Trans., 1989, **20A**, 2217-2245.
- [6] H. Y. Yu, M. A. Imam and B. B. Rath: in „Proc 5th int. conf. on titanium“, (ed. G. L. Lütjering et al.), Vol. 3, 1819-1826; 1984, Oberursel, Deutsche Gesellschaft für Mettalkunde.
- [7] G.M Pharr, D. S. Harding and W. C. Oliver: in Proc NATO Advanced Study Institute on „Mechanical properties and deformation behavior of materials having ultra-fine microstructures“, Praia do Porto Novo, Portugal, July 1992, (ed. M Nastasi et. al.), 1-13.
- [8] A. Lawley and S. Schuster: Rev. Sci. Instrum., 1962, 1178-1180
- [9] D. W. Pashley: Proc. R. Soc., 1960, **A255**, 218-231
- [10] L. Grunes, C D'Antonio and F.K. Kies: J. Appl. Phys., 1965, **36**, 2735-2736
- [11] R.W. Evans and B. Wilshire: „Creep of metals and alloys“, chaps. 1 and 3; 1985, London, The institute of metals
- [12] F. R. Brotzen, C. T. Rosenmayer, C. G. Cofer and R. J. Gale: Vakuum, 1990, **41**, 1287-1290.
- [13] A. Catlin and W. P. Walker: J. Appl. Phys., 1960, **31**, 2135-2139
- [14] J. W. Beams: in „The structure and properties of thin film“, (ed. C. A. Neugebauer et. al.), 183-192; 1960, New York, Wiley.
- [15] R. Hill: Philos. Mag., 1950, **40**, 1133-1142
- [16] T. D. Dudderar and R. B. Koch: in „Properties of elektrodeposits“, (ed. R. Sard et. al.), 187-213; 1975, Princeton, NJ, The elektrochemical society
- [17] J. J. Vlassak and W. D. Nix: J. Mater. Res., 1992, **7**, 3242-3249
- [18] J. A. Schweitz: MRS Bull. 1992, **17**, 34-45
- [19] C. A. Volkert, A.M. Minor, Guest Editors : Focused Ion Beam Microscopy and Micromachining, MRS BULLETIN, vol. 32, May 2007, 390-399
- [20] S. Reyntjens, R. Puers, A Review of Focused Ion Beam Applications in Microsystem Technology, J. Micromech. Microeng. 11 (2001) 287–300
- [21] P. Sigmund, Phys., Rev. **184**, 388 (1969)
- [22] J. F. Ziegler, J. P. Biersack, U. Littmark: The stoping range of ions in solids (Pergamon Press, New York, 1984). The SRIM code is available at www.srim.org (accessed February 2007).
- [23] M.D. Uchic, D.M. Dimiduk: A Methodology to Investigate Size Scale Effects In Crystalline Plasticity using Uniaxial Compression Testing, Mat. Sci. Eng. A 400-401 (2005), 268
- [24] Julia R. Greer, Warren C. Oliver, William D. Nix: Size dependence of mechanical properties of gold at the micron scale in the absence of strain gradients, Acta Materialia, Volume 53, Issue 6, April 2005, Pages 1821-1830
- [25] C. P. Frick, S. Orso, E. Arzt: Loss of pseudoelasticity in nickel-titanium sub-micron compression pillars, Acta Materialia, Volume 55, Issue 11, June 2007, Pages 3846-3855

Seznam zkratek

BSE	backscattered electrons
CVD	chemical vapour deposition
DT	dwell time
EDM	electric discharge machining
ESEM	environmental scanning electron microscopy
FIB	focused ion beam
GIS	gas injection system
ISE	ion induced secondary electrons
LMIS	liquid metal ion source
MKP	metoda konečných prvků
PVD	physical vapor deposition
SE	secondary electrons
SEM	scanning electron microscopy
SIMS	secondary ions mass spectroscopy
SRIM	Stopping range of Ions in Matter
STEM	scanning transmission electron microscopy
TEM	transmission electron microscopy
TRIM	Transport range of Ions in Matter